

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

Publication number: 2002-29897

Date of publication of application: 29.01.2002

Int.Cl.

C30B 29/38

H01L 33/00

H01S 5/323

Application number: 2000-207783

Date of filing: 10.07.2000

Applicant: SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

Inventors: KENSAKU MOTOKI, HITOSHI KASAI

Invention Title: METHOD OF PRODUCING A SINGLE CRYSTAL GALLIUM NITRIDE SUBSTRATE AND SINGLE CRYSTAL GALLIUM NITRIDE SUBSTRATE

When a conventional GaN single crystal grows, penetration dislocations are accumulated at the bottoms of facet-pits and high dislocation density bundles follow down the facet-pits, so that the GaN crystal having highly accumulated dislocations has disorder of cleavage because the bundles of penetration dislocations induce strong stress concentration. The penetration dislocations grow in the direction of a crystal growth. According to the present invention, a GaN substrate is made by slicing an ingot in a parallel plane to a direction of a crystal growth or extending dislocations. Most of the dislocations do not appear on a surface of the GaN substrate though the GaN substrate includes the great many dislocations in an inner space. The inner dislocations have no influence upon manufacturing devices (LDs or LEDs). So, dislocation density is reduced to less than $1 \times 10^6 \text{cm}^{-2}$ on the surface of the substrate.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-29897

(P2002-29897A)

(43) 公開日 平成14年 1 月 29 日 (2002. 1. 29)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

テマート (参考)

C 3 0 B 29/38

C 3 0 B 29/38

D 4 G 0 7 7

// H 0 1 L 33/00

H 0 1 L 33/00

C 5 F 0 4 1

H 0 1 S 5/323

H 0 1 S 5/323

5 F 0 7 3

審査請求 未請求 請求項の数41 O L (全 33 頁)

(21) 出願番号 特願2000-207783 (P2000-207783)

(22) 出願日 平成12年 7 月 10 日 (2000. 7. 10)

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 33 号

(72) 発明者 元木 健作

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号住友電

気工業株式会社伊丹製作所内

(72) 発明者 笠井 仁

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号住友電

気工業株式会社伊丹製作所内

(74) 代理人 100079887

弁理士 川瀬 茂樹

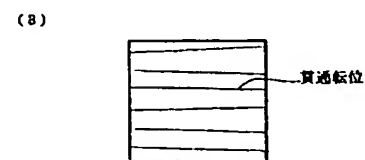
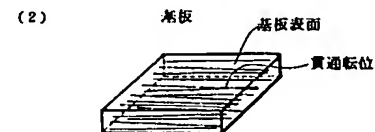
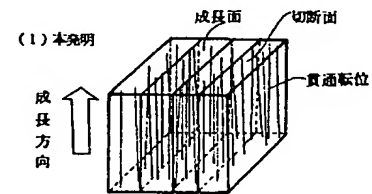
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単結晶 G a N 基板の製造方法と単結晶 G a N 基板

(57) 【要約】

【課題】 貫通転位密度が小さく、かつ基板表面においても転位の束が存在せず、劈開面の乱れを起こさない G a N 基板の製造方法および G a N 基板を提供すること。

【解決手段】 G a N 単結晶インゴットを成長方向と平行な面でスライス加工して基板とする。転位が表面に平行に走るので低転位密度になる。さらにこれを種結晶として G a N 成長させる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 GaN単結晶の成長における成長方向と平行な面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項2】 GaN単結晶の成長において、成長方向と平行な面でスライス加工することにより、基板表面を貫通する貫通転位を低減することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項3】 GaN単結晶の成長における転位の走る方向と平行な面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項4】 GaN単結晶の成長において、転位の走る方向と平行な面でスライス加工することにより、基板表面を貫通する貫通転位を低減することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項5】 GaN単結晶の成長において、結晶成長面が{1-100}であり、その結晶成長方向と平行な{0001}面でスライス加工したことを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項6】 GaN単結晶の成長において、結晶成長面が{11-20}であり、その結晶成長方向と平行な{0001}面でスライス加工したことを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項7】 {1-100}面を表面に持つGaN単結晶を種結晶として、さらに{1-100}面を成長面として成長し、その成長方向に平行な{0001}面でスライス加工することにより、{0001}面を表面とする単結晶GaN基板を得ることを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項8】 種結晶とする{1-100}面を表面に持つGaN単結晶は、{0001}面を成長面として成長したGaN単結晶からその成長方向と平行な{1-100}面で切り出されたことを特徴とする請求項7に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項9】 種結晶とする{1-100}面を表面に持つGaN単結晶は、{1-100}面を成長面として成長したGaN単結晶からその成長方向と平行な{1-100}面で切り出されたことを特徴とする請求項7に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項10】 {11-20}面を表面に持つGaN単結晶を種結晶として、さらに{11-20}面を成長面として成長し、それに平行な{0001}面でスライス加工することにより、{0001}面を表面とする単結晶GaN基板を得ることを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項11】 種結晶とする{11-20}面を表面に持つGaN単結晶は、{0001}面を成長面として成長したGaN結晶からその成長方向と平行な{11-20}面で切り出されたことを特徴とする請求項10に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項12】 種結晶とする{11-20}面を表面に持つGaN単結晶は、{11-20}面を成長面として成長したGaN結晶から{11-20}面で切り出されたことを特徴とする請求項10に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項13】 GaN単結晶の成長において、結晶成長面が{0001}面であり、その結晶成長方向と平行な{1-100}面でスライス加工することにより、{1-100}面を表面に有することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項14】 {0001}面を表面に持つGaN単結晶を種結晶としてさらに{0001}面を成長面として成長し、{1-100}面でスライス加工することにより、{1-100}面を表面に有することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項15】 種結晶とする{0001}面を表面に持つGaN単結晶は、{11-20}面あるいは{1-100}面を成長面として成長したGaN結晶から{0001}面で切り出されたことを特徴とする請求項14に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項16】 種結晶とする{0001}面を表面に持つGaN単結晶は、{0001}面を成長面として成長したGaN結晶から{0001}面で切り出されたことを特徴とする請求項14に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項17】 GaN単結晶の成長において、結晶成長面が{0001}面であり、その結晶成長方向と平行な{11-20}面でスライス加工したことにより、{11-20}面を表面に有することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項18】 {0001}面を表面に持つGaN単結晶を種結晶として、さらに{0001}面を成長面として成長し、{11-20}面でスライス加工することにより、{11-20}面を表面とする単結晶GaN基板を得ることを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項19】 種結晶とする{0001}面を表面に持つGaN単結晶は、{11-20}面あるいは{1-100}面を成長面として成長したGaN結晶から{0001}面で切り出されたことを特徴とする請求項18に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項20】 種結晶とする{0001}面を表面に持つGaN単結晶は、{0001}面を成長面として成長したGaN結晶から{0001}面で切り出された事の特徴とする請求項18に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項21】 GaN単結晶の成長における成長方向と平行な面でスライス加工したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項22】 GaN単結晶の成長における成長方向

と平行な面でスライス加工することにより、基板表面を貫通する貫通転位を低減したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項23】 基板内部において、転位が基板表面に平行に走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項24】 基板内部において、転位が基板表面に平行に走って存在することにより、基板表面での貫通転位を低減したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項25】 基板内部において、基板表面に平行に、主に一方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項26】 基板内部において、基板表面に平行に、主に一方向に転位が走って存在することにより、基板表面での貫通転位を低減したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項27】 基板表面が{0001}面であり、基板内に主に<1-100>方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項28】 基板表面が{0001}面であり、基板内に主に<1-100>方向に転位が走って存在することにより、基板表面での貫通転位を減少したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項29】 基板表面が{0001}面であり、基板内に主に<11-20>方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項30】 基板表面が{0001}面であり、基板内に主に<11-20>方向に転位が走って存在することにより、基板表面での貫通転位を減少したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項31】 基板表面が{1-100}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項32】 基板表面が{1-100}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在することにより、基板表面の貫通転位を減少したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項33】 基板表面が{11-20}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項34】 基板表面が{11-20}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在することにより、基板表面での貫通転位を減少したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項35】 基板表面での貫通転位密度が、 $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下であることを特徴とする請求項22に記載の単結晶GaN基板。

【請求項36】 基板表面での貫通転位密度が、 $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下であることを特徴とする請求項24に記載の単結晶GaN基板。

【請求項37】 結晶成長方向と平行な面でスライス加工することにより、スライス加工面で基板表面を貫通する貫通転位を低減したGaN単結晶を種結晶として用い、その種結晶上の成長において、成長方向と垂直な面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項38】 基板内部において、基板表面に平行に、主に一方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板を種結晶として用い、その種結晶上の成長において、成長方向と垂直な面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項39】 結晶成長面が{1-100}であり、その結晶成長方向<1-100>と平行な(0001)面でスライス加工した単結晶を種結晶として、その種結晶上の成長は、{0001}面を成長面として成長し、その成長方向と垂直な{0001}面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項40】 結晶成長面が{11-20}面であり、その結晶成長方向<11-20>と平行な(0001)面でスライス加工した単結晶を種結晶として、その種結晶上の成長は、{0001}面を成長面として成長し、その成長方向と垂直な{0001}面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項41】 結晶成長面が(0001)面であり、その結晶成長方向<0001>と平行な{1-100}面でスライス加工した単結晶を種結晶として、その種結晶上の成長は、{1-100}面を成長面として成長し、その成長方向と垂直な{1-100}面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 3-5族窒化物系化合物半導体からなる発光ダイオード(LED)や半導体レーザー(LD)などの発光デバイスなどに用いられる単結晶GaN基板の製造方法、及びそれにより得られる単結晶GaN基板に関する。

【0002】

【従来の技術】 窒化物系半導体を用いた発光デバイスは、青色LEDに関しては、すでに実用化がなされている。従来、窒化物系半導体を用いた発光デバイスは、ほとんどが基板としてサファイヤ(Al_2O_3)を用いていた。サファイヤ基板の上にGaN、GaInNの薄膜をエピ成長させていた。サファイヤはGaNの成長に適し、非常に安定な基板材料である。この点はサファイヤの優れた点である。

【0003】 しかしサファイヤは非常に硬い材料である。しかもLDで共振器を作る時に好都合な劈開性がない。自然劈開しないから機械的にウエハを切断してチップに分割しなければならない。発光ダイオード製造工程

ではダイシング工程でコスト高を招くという欠点がある。半導体レーザ製造においては劈開による反射面（共振器）を作製できないので品質面での問題およびコスト高を招いていた。

【0004】またサファイヤは、絶縁性の基板である。サファイヤを基板とするLEDは、通常のLEDのように、デバイスの上下で電極をとることができない。プロセス的にも、エッチングによってチップの一部を除き、下層部の面出しをして電極を設け、デバイスを作製する必要がある。またエッチング後に、横方向に電流を流すための比較的厚い導電層を成長させる必要がある。これらの工程が工程数、工程時間を増加させコスト高を招いていた。さらに同一面に電極を2箇所形成する必要性があり大きいチップ面積を必要とする。この点からもコスト増を招いていた。

【0005】サファイヤ基板にはこのような難点があるので、GaN系発光素子の基板として、SiC基板利用の可能性が提案された。SiCは劈開性がある。自然劈開によってLEDのチップへの分割は容易になる。半導体レーザの共振器を自然劈開によって形成できる。また導電性があるからチップの上下に電極を配分できる。だからプロセス的により便利である。しかしながらSiC基板は極めて高価である。製造量も少なく供給に難点がある。それ以上にSiC基板には結晶品質に問題がなくて、GaN系半導体の基板としては最適でない。

【0006】サファイヤもそうなのであるが、SiCのような異質の基板を用いると、GaNと基板材料との間の格子定数のミスマッチが、エピタキシャル層中に転位などの欠陥を数多く導入するという問題がある。現に現在市販されているサファイヤ基板を用いたデバイスのGaNエピタキシャル層中には $1 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ 程度の夥しい数の転位が存在すると言われている。

【0007】サファイヤに比べ多少転位密度が小さいながらも、SiC基板を用いる場合は、 $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 程度以上の転位が存在すると言われている。大量の転位はLEDとしては実用化に大きな支障にはなっていない。が、電流密度が格段に大きい半導体レーザ（LD）の場合は、これらの欠陥が半導体レーザの長寿命化を阻害する原因になることが明らかになってきた。これらの理由から、サファイヤ基板、SiC基板は青色発光素子（LED、LD）の基板としてなお最適でないことがわかる。

【0008】最も理想的な基板はGaN単結晶である。GaN単結晶基板が得られれば、結晶格子のミスマッチの問題は全くなくなる。しかもGaNは劈開性を有し、導電性も得られる。まことに好都合であるはずである。しかしながら結晶製造技術がなお熟していない。デバイス製造のための基板として使用できる実用的なサイズを持ったGaN単結晶基板を製造することが困難である。

【0009】平衡状態を保ちつつ超高压下でGaN結晶

の合成が可能だと言われている。しかし大きいGaN結晶を超高压下で合成できない。だからこの方法では大型のGaN基板を作ることができない。商業ベースでのGaN基板供給はこの方法では実現できない。

【0010】上述の技術的な問題点を検討した結果、サファイヤ基板上で窓付きのマスク層を通してGaNを気相成長させ、転位欠陥を低減する方法が提案されている。

①碓井彰「ハイドライドVPEによる厚膜GaN結晶の成長」電子情報通信学会論文誌vol. J81-C-1, No. 1, p58-64（1998年1月）

②酒井朗、碓井彰「GaN選択横方向成長による転位密度の低減」応用物理第68巻第7号、p774-779（1999）

などである。

【0011】さらに、本発明者は既にGaAs基板上で窓付きのマスク層を通してGaNを気相成長し、さらにGaN基板を得る方法を発明した。

③特願平9-298300号

④特願平10-9008号

【0012】これによれば比較的低い結晶欠陥密度の広い面積のGaN結晶を成長させることができる、と言う。これをエピタキシャルラテラルオーバーグロース（Epitaxial Lateral Overgrowth:ELO）と言う。ここでは単にラテラル成長法と言う。

【0013】具体的には、HVPEなどの気相合成法によりGaAs基板上にストライプ窓や円形窓を多数有するマスクを形成し、その上にGaNをラテラル成長させた後、GaAs基板を除去することによってGaN基板を得るという方法である。

【0014】図1によってHVPE法を説明する。縦長の炉1の内部上方にGaポート2が設けられる。これにはGa融液3が収容される。炉1の下方にはサセプタ4が昇降回転自在に設けられる。サセプタ4の上にGaAs基板5が載置される。炉1の周囲にはヒータ6があって炉1を加熱する。炉1の上方にあるガス導入口7から水素ガスとHClガスの混合ガスが導入される。HClがGaと反応してGaClを合成しGaClがガス状となって下方へ流れる。ガス導入口8から水素ガスとNH₃ガスの混合ガスが導入される。これはGaClと反応してGaNを合成しGaAs基板5の上に堆積する。排ガスはガス出口9から排除される。

【0015】ラテラル成長法について図2～図4によって説明する。これは従来例③、④に詳しく述べられている。GaAs（111）基板の上に窓付きマスクを形成し窓を通してGaNをエピ成長させる。図2は四角窓付きのマスクをGaAs基板上に形成したものの平面図である。GaAsウエハ（基板）10の表面の全体を薄いマスク11によって被覆する。マスク11の材料はGaNがその上に直接に成長しないような性質を持つものを

使用する。マスク11には規則正しく窓12が開いている。窓は隣接する3つの窓が正三角形を形成するような位置に設ける。窓はある方向に間隔 L を置いて配列される。隣接する列との間隔は $3^{1/2}L/2$ であり、隣接列の窓は $L/2$ だけ列方向にずれている。これは四角窓であるが、丸窓を設ける場合もある。

【0016】図3はマスクにストライプ状窓を開けたものを示す。これも前例と同じでGaAs基板10の上にGa_Nが成長しないマスク11を被覆し、窓12を正三角形の頂点の位置に設けたものである。違うのは窓の形状である。これは長方形の窓を開けてマスクとなっている。ストライプ窓と呼んでいる。

【0017】このようなマスクを付けてから前述のHVPE法などによってGaAsウエハ10の上にGa_Nを成長させる。図4はGaAs基板10上のGa_Nの堆積の様子を示す。図4(1)はマスク11を設けたGaAs基板10の断面を示す。成長前の状態である。Ga_Nを合成するとGaAsが露呈している窓の部分にのみ選択的にGa_N層が成長する。マスクはGa_Nの成長を阻む作用がありその上に成長できない。図4(2)のようにマスク11の高さよりも高く成長すると角錐状のGa_N隆起部13になってゆく。これは{11-22}面を持つ角錐である。

【0018】細線は貫通転位14を示す。層の成長とともに転位14は成長方向に延びて行く。転位が、積み重なってゆく層を貫通して延びて行くので貫通転位と言う。貫通転位14は上向きに延びる。結晶の方位は下地のGaAsによって決まるがマスク列方向が[10-10]に、マスク列と直交する方向が[1-210]方向である。成長の方向は[0001]でありこれはc軸成長である。

【0019】それ以上に層が厚くなるとマスクの上にはみ出てゆく。優先的に現れる傾斜面は{11-22}面である。基板面に平行でない明確な面指数を持った面であるからファセット面と言う。図4(3)に示す通りである。これはマスクの上に成長しているのではなくGa_N隆起層13の横から水平にGa_Nが成長しているのである。この間では水平延長層15の高さはしばらく一定である。マスク11を越えて成長させるのでオーバーグロスという命名をしている。貫通転位14も横へ延びる。

【0020】窓から横方向へはみ出してマスク上を成長した部分において、貫通転位が非常に小さいということが従来例①、②によって報告されている。通常c軸方向に成長する場合、転位もc軸方向に延びる。ところがマスク窓から垂直方向(c軸方向)に成長した後、横方向に成長するに当たり、転位の向きが垂直方向から水平方向へ転換され、特に横方向に成長した領域でC面(0001)に垂直な方向の貫通転位が減少することを①、②は主張している。

【0021】やがて窓と隣接窓の中点でGa_N水平延長層15のファセット面16{11-22}面が衝突する。さらに横方向成長することによって隣接窓から発生した水平延長層が合体する。合体することによって{11-22}ファセット面16が消失する。合体した部分に転位の集積する面状欠陥部17ができる。ファセット面16が消えた後、C面(0001)面において、二次元的な成長が行われ鏡面状の成長が進行する。以後、Ga_N層18は上向きに成長する。細い貫通転位は再び上向きに延び始める。この貫通転位については後ほど再び説明する。

【0022】上向き(c軸方向)のエピタキシャル成長が進行し膜厚が140μm程度に増加すると面状欠陥部16が消滅するということが報告されている(従来例①、②)。

【0023】図5は同じGa_N層成長を図示している。図5(1)は窓付きマスク11をGaAs基板(111)10に形成した状態である。Ga_Nのエピタキシャル成長を長時間持続するとマスク11の高さを大きく越えてGa_Nインゴット18が成長してゆく。これが図5(2)で示した状態である。成長方向は[0001]方向であり上面は(0001)面つまりC面である。上面は平坦の部分もあるが多少の凹凸もあってよい。厚いGa_Nインゴット18が成長できると炉から取り外して、GaAs基板10、マスク11を除去する。インゴット18をC面(成長面)に平行にスライスしてC面を表面とする数多くのGa_Nウエハ(基板)を得る。さらにウエハを研削加工、研磨加工してミラーウエハ19とする。これらのウエハはC面を持つウエハである。劈開面はC面に直交するからチップ切断、LD共振器作製に有利である。

【0024】図5の手法はGaAs基板から直接にGa_Nウエハを作るものであるが別の方法もある。

【0025】⑤特願平10-102546号

これは図5の工程で製造したGa_N基板19を種結晶としてHVPE法などでさらにGa_N結晶を成長させてGa_Nインゴットを作製し、インゴットを薄く切ってGa_N基板(ウエハ)を量産する方法である。これもC面の種結晶にc軸方向[0001]にGa_Nを結晶成長させて、インゴットを得て、(0001)面に平行に切断してC面のウエハを得るものである。

【0026】本発明者のこれらの新しい方法によって、Ga_N単結晶基板を商業ベースで製造することが初めて可能になった。

【0027】そのようにして作製したGa_N基板にはなお問題があった。最大の問題は、基板表面に貫通転位が残るということであった。成長表面が、平面状で成長する場合、貫通転位は消えることなく結晶表面に垂直に延びてゆく。結晶層の成長とともに、貫通転位自身も垂直方向に成長するのである。その結果、成長表面には常に

貫通転位が存在する。

【0028】通常のラテラルオーバーグロースでは、成長方向が横向きに変換される成長初期においては、マスク上の成長部分に貫通転位の少ない領域ができる(図4(4))。それは結構なのであるが、そのまま低転位でない。さらに上向きに厚く数十 μm 以上の成長を行うと貫通転位は上向きに延長方向を転ずる。厚さ140 μm では面状欠陥部17が消滅する。つまり集約された貫通転位が分散し数を増やすように働く。だからエピ層の厚さの増加とともに、転位が広がってゆく。表面は平坦な鏡面であるが、転位密度は増える。

【0029】積層部の厚みが数 cm になると、通常 $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 程度の大きい貫通転位密度を有する転位群が表面上に存在するようになる。転位の向きが横向きになって一旦減少した転位密度が縦方向成長になり膜厚が増えると転位が再び増えてゆく。そのような高い転位密度を持つGaN基板の上にエピタキシャル成長によってレーザを形成した場合、転位から劣化が進行し、長寿命化は困難である。

【0030】そこで本発明者はこのような成長様式を詳しく検討した。以降の記述において、通常の c 軸方向エピ成長で現れる平坦な(0001)面、すなわち C 面での二次元的成長と、傾斜面を持つ成長を区別するため、 C 面以外のファセット面を端にファセット面と呼び C 面は成長面と言う。図4(4)のように膜厚が6 μm 程度でマスク上でファセット面{11-22}面が合体する。ここで転位密度が減少する。合体して平坦成長面(C 面)を鏡面に維持しつつ成長させる。最終の膜厚が0.2 $\text{mm} \sim 0.6 \text{ mm}$ のものを作製し、それぞれの試料について転位密度を測定した。

【0031】ラテラルオーバーグロースによって転位密度は減少したが、それでも $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ を越える値である。この原因は、マスク上の合体部(図4(4))で一旦集合して転位密度が減るが、膜厚の増大とともに、転位束がばらばらになって再び転位密度が増大するのだと考えられる。

【0032】二次元的な(鏡面を維持した)成長をするかぎり転位は c 軸方向に伸び続ける。一旦発生した転位は消滅しない。二次元的な成長には転位消滅機構はないのである。そこで積極的に転位を消滅させる方法を開発する必要があった。本発明者は、転位の消滅機構を結晶中に設けたまま結晶成長させる方法が可能ではないかと考えた。その結果次の発明を想到した。

【0033】⑥特願平11-273882

これは、GaN基板において、低転位化をはかるために、成長表面を平面状態(鏡面)ではなく、三次元的なファセット構造を作り、ファセット構造を埋め込まないで成長するようにしたものである。ファセットを埋め込まないで成長することにより、特にファセットによるピットを形成することによって、転位をピット部分に集中

させ、全体を低転位化する巧妙な成長方法である。

【0034】この発明は、ファセット構造をGaN表面に持たせ、ファセット面を利用して、ラテラル成長により転位を移動させ、例えばピット底の芯部に転位を集める。それにより結晶内全体を、低転位化するものである。これはまことに巧みな方法であって転位を纏めて束にすることによって、みかけの転位密度を減少させている。転位自体が消滅するのではないが集約されるので転位密度が著しく減少しているようにみえる。

【0035】しばらく従来技術の説明から離れる。

【結晶方位の指定】GaNは六方晶系であり結晶方位の指定方法がやや難しい。本発明は六方晶系の方位に関する表現をいくつも使う。混乱があってはいけない。ここで結晶方位について簡単に説明する。六方晶系の場合120度をなす3つの軸のうち二つを a 軸、 b 軸と呼び、これらの軸と直交する軸を c 軸と言う。3つの軸は等価な軸であるから残りの軸をここでは例えば d 軸と言うことにする。3つの面指数を用いる表現法と、4つの面指数を用いる表現法がある。ここでは4面指数による表現を用いる。 a 軸の長さを a とし c 軸の長さを c とする。 a/c の比は六方晶系でも物質によって異なる。

【0036】面指数の定義を述べる。原点に最も近い1枚目の結晶面が3つの等価な軸 a 、 b 、 d を a/h 、 b/k 、 d/m で切り、 c 軸を c/n で切る場合に面指数を $(hkmn)$ によって表現する。指数 h 、 k 、 m 、 n は整数である。面指数を表現する場合括弧の中にカンマを打たない。図6は abd 平面での面指数の定義を示す。ここでは面は a 軸、 b 軸を正の半直線上で切り、 d 軸を負の半直線上で切っている。この図でわかるように、 h 、 k 、 m がすべて正、全て負ということはない。

【0037】丸括弧 (\dots) は個別の面の表現である。波括弧 $\{\dots\}$ は集合面の表現である。六方晶系結晶の対称操作の全てによって相互に変換できる個別の面の全てを集合表現の面指数で表すことができる。角括弧 $[\dots]$ は個別の方位を示す。鍵括弧 $\langle \dots \rangle$ は集合的な方位を表現する。同じ面指数を持つ面と方位は常に直交する。 $\{hkmn\}$ と書いた場合、 n は独特の方位(c 軸方位)であるが、前の3つ hkm は交換可能である。結晶に6回対称性があり、またある結晶によっては反転対称性があるものもある。 h 、 k 、 m を循環的に交換した $\{hkmn\}$ 、 $\{kmhn\}$ 、 $\{mhkn\}$ …などは同じ面の集合を表現している。ところが n は独特で循環的に動かすともはや別の面方位である。 h 、 k 、 m と n は別に考えることができる。

【0038】また3つの同一平面内の面指数 h 、 k 、 m は本来2つの指数で表記できるものであって、完全に独立でない。常に総和が0であるという性質がある。

【0039】 $h+k+m=0$ (1)

【0040】図7によって証明する。 O は原点、 OB 、 OD は b 軸、 d 軸に取った点で $OB=OD$ とする。 OH

は-a軸とBDの交点である。 $\angle OBH = \angle ODH = 30^\circ$ である。Hを通る直線とOB、ODの交点をE、Fとする。EHFが面を表現している。 $OE = Y$ 、 $OF = Z$ 、 $OH = -X$ とする($-X > 0$)。 $\angle DHF = \theta$ とする。 $\angle OFH = 30^\circ - \theta$ 、 $\angle OEH = 30^\circ + \theta$ 、 $\angle OHF = 90^\circ + \theta$ 、 $\angle OHE = 90^\circ - \theta$ 。正弦定理より

$$\begin{aligned} -X/Y - X/Z &= \sin(30^\circ + \theta) / \sin(90^\circ - \theta) \\ &\quad + \sin(30^\circ - \theta) / \sin(90^\circ + \theta) \\ &= \{\sin(30^\circ + \theta) + \sin(30^\circ - \theta)\} / \cos \theta \\ &= 2 \sin 30^\circ = 1 \end{aligned}$$

【0044】となり、

$$1/X + 1/Y + 1/Z = 0$$

となる。 $X = a/h$ 、 $Y = b/k$ 、 $Z = d/m$ であるが長さに関して、 $a = b = d$ であるから、

$$\text{【0045】 } h + k + m = 0$$

【0046】である。簡単のためc軸に平行な面($n = 0$)を考える。面 $\{hkm0\}$ の面間隔dは、

$$\text{【0047】}$$

【数1】

$$d = \frac{\sqrt{\frac{3}{2}} a}{\sqrt{h^2 + k^2 + m^2}} \quad (2)$$

※

$$\cos \Theta = \frac{hs + kt + mu}{\sqrt{h^2 + k^2 + m^2} \sqrt{s^2 + t^2 + u^2}} \quad (3)$$

によって計算することができる。つまりc軸に平行な二つの面 $\{hkm0\}$ 、 $\{stu0\}$ があつてそれらが互いに直交する場合、

$$\text{【0050】}$$

$$hs + kt + mu = 0 \quad (4)$$

【0051】だということである。

【0052】法線がc軸に平行な面 $(000n)$ はC面と表現する。全ての整数で定義される $\{hkm0\}$ 面は、C面と直交する。C面と直交する面群 $\{hkm0\}$ の中で互いに直交する面は式(4)を満足する。面指数が負の整数の場合数字の上に上線を引いて負であることを表現するのが結晶学の習わしである。しかし明細書では上線を付けることができないから前に-符号を付けて負整数であることを示す。

【0053】図8のように $(1-100)$ 面と、 $(11-20)$ 面は直交する。この二つの面は本発明において重要な役割を持つ。 $\{1-100\}$ 面は集合的にM面と言う。 $\{11-20\}$ 面は集合的にA面と呼ばれる。M面といっても個別には6つの面がある。 $(1-100)$ 、 $(10-10)$ 、 $(01-10)$ 、 (-110) 、 (-1010) 、 $(0-110)$ である。これらの面は正六角形の6辺をなすように並ぶことができる。

*【0041】

$$-X = Y \sin \angle OEH / \sin \angle OHE \\ = Y \sin(30^\circ + \theta) / \sin(90^\circ - \theta)$$

$$-X = Z \sin \angle OFH / \sin \angle OHF \\ = Z \sin(30^\circ - \theta) / \sin(90^\circ + \theta)$$

【0042】であるから、

*【0043】

※【0048】によって与えられる。 h 、 k 、 m は二次元の指数であるが、あたかも三次元の指数のような形になる。但し係数 $(3/2)^{1/2}$ が付く点が三次元の場合と相違する。c軸に平行な二つの面 $\{hkm0\}$ 、 $\{stu0\}$ がある場合それらの面の成す角(交角) Θ の余弦 $\cos \Theta$ は

【0049】

20 【数2】

だから隣接するM面相互は120度の角度をなす。M面といっても平行(180度)なものもあり、120度の角度、60度の角度をなすものがある。M面だけで正六角形を形成できる。

【0054】どのようにA面 $\{11-20\}$ といっても6つの個別面があり相互に平行(180度)、120度、60度の角度をなす。A面の集合だけで正六角形を作ることができる。

【0055】M面とA面の全てが直交するのではなく、 $(1-100)$ 面と $(11-20)$ 面のような特別の組のM面とA面が直交する。一般にはM面とA面の成す角度は30度、90度、150度、210度、270度、330度である。

【0056】つまり6つのA面と6つのM面によって正12角形を構成することができる。A面をc軸に対して傾けた面 $\{11-2n\}$ の集合は正六角錐を作ることができる。M面をc軸に対して傾けた面 $\{1-10n\}$ の集合は正六角錐を形成できる。A面とM面を傾けた $\{11-2n\}$ 、 $\{1-10n\}$ の集合は正12角錐を作ることができる。

【0057】

50 【発明が解決しようとする課題】本発明者は、⑥特願平

11-273882によってファセット面を生成し保持しながらGaNを成長させることによって低転位化する成長方法を提案したと述べた。しかしながらこの方法によると、ファセット状ピットの底に当たる部分に、転位の集中が生じる。その結果、立体的にピット底に相当する部分の下にずっと連なって、高密度転位部分の束が存在するようになる。それ以外の部分では低転位の良好な領域が存在する。

【0058】このように広い面積において、低転位領域が存在するというメリットを有するものの、局所的に高密度転位の存在する領域が残る。これがために、既に述べたように、デバイス特性を低下させ製品歩留まりを下げる。また劈開性阻害の要因となる。これらの問題を解決するには、根本的に貫通転位密度を小さくし、かつ基板表面においても、転位の束の存在をなくす必要がある。

【0059】成長面が、平面状でなく、ファセットからなるピットを伴ったまま成長した場合、ピットの底には平均的な成長面と垂直方向に、転位の束からなる貫通転位の束が存在する。

【0060】その結果貫通転位の存在する領域には、狭いながらも転位が集散的に存在していることになる。レーザデバイス構造をそのGaN基板の上に作製した場合、ある限られた割合であるが、寿命の短いレーザデバイスが製造されてしまうということになる。

【0061】もう一つの重大な問題は「劈開の乱れ」ということである。貫通転位の束が局所的に存在すると、その部分に大きな応力集中がおこる。基板状にレーザ素子を製造するウエハプロセスの後に基板の劈開を行った時、劈開面がきれいな平面になりにくい。基板面に垂直な縦筋の入った劈開面になる。単結晶なのだから劈開面は本来きれいな鏡面であるべきである。しかしファセットを利用して強制的に転位を集約したGaN基板では劈開面が乱れやすく、鏡面になりにくい傾向がある。

【0062】劈開面の乱れは、転位集約によって生じたランダムな応力分布によって引き起こされると考えられる。折角GaNを基板に使うLED、LDを作っても劈開面があまりに乱れすぎている場合には、さらに切断端面を研磨しなければならない。工程が増えてしまい、サファイヤより優れているとははや言えない。劈開のあるGaNを採用した甲斐もないことである。

【0063】これらの問題をすべて解決するために、根本的に、貫通転位密度を小さくし、かつ基板表面においても、転位の束の存在をなくすことが必要である。貫通転位の束がなくなると、劈開時の劈開面の乱れもなくなるはずである。

【0064】貫通転位密度が小さく、かつ基板表面においても転位の束が存在せず、劈開面の乱れを起こさないGaN基板の製造方法およびGaN基板を提供することが本発明の目的である。

【0065】

【課題を解決するための手段】本発明は、成長させたGaN単結晶インゴットを結晶成長方向g或いは転位の延びるq方向と平行な面Sでスライス加工して基板を作製する。結晶成長方向g或いは転位延長方向qと平行な切断面Sで切ることによって基板表面の貫通転位を低減する。貫通転位が表面に平行に走るような方向に基板を切ると表面に露呈した貫通転位密度が減る。

【0066】本発明はつまり、貫通転位方向と表面を一致させることによって表面に出た貫通転位を減らす。基板内部にはたくさんの貫通転位があっても表面に出た貫通転位密度は低い。内部の転位はデバイス作製に影響しないから、表面の貫通転位を減らせばデバイス作製用基板として好適に使用できる。

【0067】目的は表面貫通転位の低減であり、手段はg或いはqに平行にGaN単結晶インゴットを切断して基板とすることである。「g平行S」あるいは「q平行S」ということによって本発明を端的に表現できる。ここで記号「 \parallel 」によって表記するものと約束する。本発明は

【0068】

$q \parallel S$ (5)

$g \parallel S$ (6)

【0069】によって表現することができる。qやgは一次元の直線であり、面Sは2次元である。だからqと平行なSといってもSは固定されない。qの廻りの180度の回転の自由度がある。これは切断面Sの選択の幅を広げ有利である。

【0070】結晶成長方向gによって貫通転位の延長方向qが確率的に等方的にばらつく場合と、一様に決まる場合がある。確率的に等方的にばらつく場合は貫通転位延長方向qを定義できない。その場合は本発明を適用できない。しかしながら、貫通転位の延長方向qが一様に決まらないまでも、等方的にばらつく訳ではなく、ある同一平面内でばらつく場合は、方位に制限がある。このように同一平面内でqがばらつく場合は、 $q \parallel S$ となるSは、存在することになる。よって、このような場合は本発明を適用できる。また、貫通転位の延長方向qが、一様に決まらないまでも、ばらつきの中で、確率的に平均的に、ある方位を向いていれば、これも方位に制限ができる。このため、平均的には $q \parallel S$ となるSは、存在することになる。よって、このような場合にも本発明は適用できる。しかしながら、その場合の貫通転位の密度は、そのばらつきの中での方位の揃い方に大きく依存する。

【0071】また、貫通転位の延びる方向qが一様に決まれば貫通転位延長方向qを定義できる。だから(5)式に従って切断の方向を決めることができる。であれば成長方向に拘らず、「 $q \parallel S$ 」という切断方向Sを採用できる。貫通転位の延長方向qが確率的に変動するか？

一義的に決まるかというのは結晶成長方向 g に依存する。貫通転位方向 q が一義的に決まる結晶方位に関しては本発明を適用し $q \parallel S$ によって切断面を決めることができる。

【0072】図9は従来法のGaNインゴット切断を説明する。図9(1)のようにGaN単結晶インゴットを上向き(c軸方向)に成長させると、貫通転位も上向き(c軸方向)に延びる。従来は図9(2)のように成長面(C面)に平行にインゴットを切断していた。図9(3)のような基板(ウエハ)が得られるが、基板面はC面であり貫通転位の延長方向 q は面に垂直である。ために図9(4)のようにGaN基板表面には夥しい転位密度が現れた。

【0073】図10は本発明の切断を説明するものである。図10(1)のように結晶成長方向に貫通転位が延長している。結晶成長面と貫通転位は直交する。本発明は切断面 S を貫通転位に平行とする。 $q \parallel S$ である。すると図10(2)のようにGaN基板(ウエハ)の表面に平行に貫通転位が走るようになる。図10(3)のように表面での転位密度が減少する。内部に転位密度がた

くさんあるとしても表面の密度は見かけ上減少するのである。実際に転位密度が減ったのでないが表面に現れる転位は減少するのである。デバイスを作る場合、表面の転位密度が重要で内部の転位はどうでもよいということは既に述べた。また劈開における劈開面の凸凹という問題も解決される。図9(4)と図10(3)が従来例と本発明の違いを簡明に示している。

【0074】さらに進んで結晶成長方向 g と貫通転位延長方向 q が合致すれば($g=q$)、成長方向 g と切断面 S を平行にするというように本発明の思想を表現すること

もできる。つまり $g \parallel S$ であるが、これが前記の(6)式である。

【0075】そのような場合、図10(1)は、結晶成長方向 g に平行に切断しているというようにも解釈できる。本発明はこの場合も含むのである。だから $q=g$ な*

$$M = \{1-100\}, A = \{11-20\}, C = \{0001\} \quad (7)$$

【0081】である。対応する方向は $m = \langle 1-100 \rangle$ 、 $a = \langle 11-20 \rangle$ 、 $c = \langle 0001 \rangle$ である。これらの c 、 m 、 a の方向に結晶成長をすると、 $g=q$ であるから、結晶成長方向 g に平行に切断面 S を決めるこ

【0082】さらに都合なことに、適当な組み合わせをとると、それら3つの面は直交する。これはまことに便利な性質である。それが本発明によりいっそうの高い汎用性を与えるのである。六方晶系であるから、対称操作によって互いに変換される面は等価である。先に述べたようにM面といっても6つの面がある。A面も6つの面がある。C面は2面ある。全てのA面とC面は直交する。全てのM面とC面は直交する。任意のA面は二つのM面と直交する。任意のM面は二つのA面と直交する。

*らば、 $q \parallel S$ でも $g \parallel S$ でも同じである。

【0076】同じなら一つの表現で済むではないか？とも思うが必ずしもそうでない。単結晶インゴットを作った場合、成長方向 g はわかっている。しかし貫通転位の延長方向 q というのは容易にわからない。基板に切り出してエッチングして転位を出して、その方向を見定める必要がある。だから直ちにわかる成長方向 g によって発明を定義すると実際的により便利である。

【0077】しかし本発明はもちろん $g \neq q$ でも適用できて、その場合は、(5)式の $q \parallel S$ を優先する。

【0078】ここで転位密度の「低減」という言葉について念のために説明する。切断方位を変えたからといって内在的に既に存在する転位密度が減少する筈はない。すでに存在したものは切断面方位に拘らず存在し続けるからである。もちろんそうである。そうであるが、表面に露出した転位密度が減少すると言っているのである。そしてデバイス作製には表面転位が問題で内在的な転位は無関係と言ってよい。また図10(2)のように貫通転位延長方向と基板面が平行だから自然劈開面が乱れるということもない。貫通転位密度の問題は簡単である。貫通転位と垂直な面での転位密度が E とする。これは単位面積を切る貫通転位の数である。その面に対して ϕ だけ傾いた面を切る貫通転位の数 $E \cos \phi$ に比例する。だから転位密度は $E \cos \phi$ になる。貫通転位延長方向に平行に切るというのだから $\phi = 90^\circ$ である。 $\cos 90^\circ = 0$ である。つまり本発明の切断面において転位密度が減少するのは数学的に明白なのである。いわば当たり前である。

【0079】さらに幸いな事に、GaNの結晶面のうち、3つの面は、 $q=g$ となるということを本発明者は発見した。つまり結晶成長方向 g が貫通転位延長方向 q に等しい方向が3つあるということが分かった。その3つの方向を c 方向、 m 方向、 a 方向と呼ぶ。それらに直角の面をC面、M面、A面とする。それは

【0080】

だから「適当な組み合わせをとると」A面とM面は直交するのである。図11はそのような組み合わせを示す。GaNは六方晶系であるが、このように低面指数の3つの面が互いに直交するという意外な性質がある。本発明はこの性質をも巧みに利用する。

【0083】これら3方向以外にも $g=q$ となる成長方向が存在するかもしれない。本発明はそのような成長方向にも適用することができる。それはもちろんである。しかし、これら3面で $g=q$ であって、しかも互いに直交するというのは本発明に得難い利点を与える。

【0084】成長といってもどの方向にでも容易にGaNが成長するわけではない。上記の低面指数の3面は、いずれも容易にGaN結晶成長を起こさせる面である。つまりM面にもA面にもC面にもGaN単結晶を成長さ

せることができる。だから成長方向 g としてこれら 3 面の方向を採用できる。つまり好ましい結晶成長方向 g として

【0085】 $g = m, a, c$ (8)

【0086】とすることができるのである。成長の容易さからこのような組み合わせが便利である。

【0087】反対に所望される基板の方位から切断面が制限されるということもある。どのような方位の基板でもよいというのではない。デバイスを作製するための基礎になる基板だから、低面指数の C 面基板、M 面基板、A 面基板が主に要求される。

【0088】GaN の劈開面は C 面、M 面である。だから A 面基板にデバイスを作ると対向する 2 辺が劈開面になり LD の共振器を自然の劈開で作製できる。C 面基板を用いても対向辺に劈開面があるが 3 方向に劈開面があり、これがかえって不便ということも有り得る。

【0089】M 面は直交する C 面が劈開面である。また、表面状態はより良好なものが作製できる可能性がある。だから好ましい切断面 S は

【0090】 $S = M, A, C$ (9)

である。

【0091】図 12 は、成長方向 g と平行に切断して基板とするという本発明の思想を簡明に示す。成長方向 g を m, a, c のいずれかにして、切断面 S をそれに直交する M, A, C の何れかにすると成長容易な方向に結晶成長し、需要の多い方位の基板を作製できる。

【0092】以上が本発明の基本形である。しかし、なんと言っても本発明の真骨頂は、多段成長による転位低減にある。図 10 (2) のように転位が表面平行になった基板を種結晶としてその上に GaN を成長させると、もともと転位が少なく、成長結晶の転位は種結晶の転位を承継するのであるから、成長結晶の転位は少なくなる。だから本発明の方法によって、 $q = S$ または $g = S$ で切りとった基板を種結晶にして二度目の GaN 成長を行ったとき、その成長では非常に低転位のインゴットを成長させることが可能となる。つまり 1 段成長と 2 段成長で成長の方向を 90° 変えることによって転位を削減できる。この転位減少は、見かけの減少ではない。実際に発生する転位が減少するのである。だから本発明の本領は 2 回目以後の成長において遺憾なく発揮されると言える。図 12 において、1 段目の成長方向 q に対し、これと直交する w 方向に 2 段目の結晶成長を行うことによって、真の低転位の結晶を得る事ができる。

【0093】これは 2 段成長であるが、3 段成長、4 段成長も可能である。その度に結晶成長方向と平行に切断して基板を作り、種結晶として直交する方位のインゴットを作って、さらに成長方向と平行に切断して基板を作る、ということを繰り返すことができる。2 つの面では単に反復繰り返しになるが、3 つの面が直交面として存在するから、成長方向の組み合わせに豊かなバラエティ

をもたらすことができる。

【0094】以下に本発明者がこの発明をなすに至った経緯を述べる。GaN の結晶成長において、結晶成長方向に、転位も延びてゆく事が多い。例えば、青色 LED を製造するため通常行われているサファイヤ基板の上の GaN エピ成長もその通りである。C 面上に成長し、主に c 軸方向に多くの転位が延びて存在している。

【0095】これらのことから考えて、本発明者は、貫通転位を減少させるためには、結晶成長方向、つまり転位が延びる方向に平行な面で切断して基板を作製することが有効だろうということに思い至った。

【0096】ある特定の面内で転位が存在するような状況を作り、その面に平行な面で切断加工して、基板表面に貫通転位が少ない基板を製造する、これが本発明の根本思想である。

【0097】これはまことに斬新な着想である。結晶成長方向と平行に結晶を切断して基板を切り出すなどということはこれまで誰が想到しただろうか？ 類例のない結晶切断の方向であろう。

【0098】

【発明の実施の形態】本発明の手法は、HVPE 法、MOCVD 法、昇華法などの、GaN の気相合成法において適用することができる。しかし貫通転位が成長方向と平行に延びるという性質を巧みに利用するのが本発明の骨子であるから、気相合成法以外の GaN 結晶成長法にも本発明を適用することができる。高圧溶融法による GaN の合成においても適用可能で汎用性の高い技術思想である。

【0099】本発明の基本的概念は、GaN 単結晶の成長に於ける結晶成長方向 g 或いは転位の延びる方向 q と平行な面でスライス加工して基板を作製することとして、基板表面の貫通転位を低減する、ということである（請求項 1～4、請求項 21～22）。

【0100】まず、結晶成長の方向と、転位の延びる方向との関係であるが、発明者らの研究の結果から、次のような関係がある事が明らかになった。

【0101】これはインゴット結晶から (0001) 面、(1-100) 面、(11-20) 面を表面とする面方位を持った結晶サンプルを切り出し、それらを種結晶として、そのサンプル上にさらに成長を行い、特定面における結晶成長の状況を把握した。GaN は六方晶系であるから面指数が 4 つあり直観的に分かりにくいので、これらの面には名前が付いている。(0001) 面は C 面と言う。(1-100) 面は M 面と呼ぶ。(11-20) 面は A 面と言う。この明細書において面指数の代わりに、時にこれらの符号を使い関係を分かりやすくする。

【0102】その結晶成長方向と、転位の向きを透過型電子顕微鏡を使用して、確認した。その結果 (0001)、(1-100)、(11-20) 面のサンプルの

それぞれにおいて、結晶面に対して垂直に鏡面状の結晶成長がなされた。

【0103】結晶成長と平均的な転位の延びる向きとの関係は次のようであった。

(1) 結晶成長方向： $\langle 0001 \rangle$ 、転位延長方向： $\langle 0001 \rangle$ (C面)

(2) 結晶成長方向： $\langle 1-100 \rangle$ 、転位延長方向： $\langle 1-100 \rangle$ (M面)

(3) 結晶成長方向： $\langle 11-20 \rangle$ 、転位延長方向： $\langle 11-20 \rangle$ (A面)

上記の(1)、(2)、(3)のように、C面、M面、A面成長の場合、結晶内の転位の延びる方向(転位延長方向 q と呼ぶ)は結晶成長方向 g と平均的に大体同じ方向であった。

【0104】本発明はこの性質($g=q$)を利用して基板の貫通転位の低減化を図る。ただし(11-20)面においては、成長条件によっては、ファセット面が出やすい傾向があったが、条件を適当に選ぶ事によって上記の結果が得られる。

【0105】しかしながら、その他の面方位への成長の場合、必ずしも結晶内の転位の向き(転位延長方向)は、結晶成長方向と同じにはならない。下記のようなものの存在が確認された。

【0106】(4) 結晶成長方向： $\langle 1-101 \rangle$ R面方向、転位延長方向 $\langle 1-100 \rangle$

(5) 結晶成長方向： $\langle 11-22 \rangle$ F面方向、転位延長方向 $\langle 11-20 \rangle$

【0107】これら(R面、F面方向成長の場合)は結晶成長方向と転位延長方向($g \neq q$)が食い違う。本発明はこれらの方位の成長は利用しないと言うのではない。そうではなくて、 $q \neq g$ の場合は、 q を優先して、転位延長方向と平行な切断面 S によってインゴットを切断して基板とするのである。本発明はそのような $q \neq g$ の場合でも適用できる。要するに転位延長方向 q が一義的に定義できればよい。これらの場合も多段階成長が可能であるが、転位延長方向に平行に切るとM面とA面結晶に還元される。だから以後の説明のどこかへ合流することになる。だからこれら(4)、(5)の例については以後は述べない。

【0108】より実用的に言えば、本発明は、C、M、A面の3面の成長において、転位延長方向 q と結晶成長方向 g が一致するという性質を利用し転位が走る方向にインゴットを切断して貫通転位の少ない基板を得るということにある。例えば前述の(1)、(2)、(3)の例の状況において、 g 方向($g=m, a, c$)にGaNの結晶成長させインゴットを作製し、結晶成長方向 g 、すなわち、転位の延びる方向 q に平行(S面)にインゴットを切り出してウエハ(S面=A、M、C)とする。これによって表面の貫通転位が減少したGaN基板を得る事ができる。それは1段階の成長である。

【0109】それ以外に本発明は多段階成長にも適用でき多段階成長において効果が大きい。成長方向 g に平行に切り出した低転位の基板を種結晶として厚いGaNインゴットを成長させ成長方向と平行に切断して低転位化したGaN基板を得る。これを何段階も繰り返すと転位の継承を禁止して低転位化することができる。

【0110】本発明はかなり複雑であって実施例も数多く相互の関係を直観的に理解しにくい。理解を助けるために、ここで簡単な表記法を定義する。これによれば本発明の幾多の実施例の関連が分かりやすい。

【0111】薄い基板の場合、表面の面方位をアルファベット大文字で表現する。厚いインゴットを成長させる場合の結晶成長の方向をアルファベット小文字で表現する。つまり基板=大文字、インゴット=小文字によって表現する。例えば" Xx "という、 X 面を持つ種結晶の上に x 方向に厚く結晶成長するという工程、あるいはその工程でできた X 面を成長面とするインゴットを意味する。

【0112】種結晶とその上のエピタキシャル成長の方位は必ず一致するから大文字とそれに続く小文字は合致しなければならない。 Xy, Yz …のようなものは禁止される。

【0113】そしてスライス加工を" $;$ "によって表現する。スライス加工の方向を; $;$ に続くアルファベット大文字によって表現する。たとえば" $Xx; Y$ "という、 X 面を持つ種結晶の上に x 方向に厚くエピタキシャル成長して成長表面が X 面であるインゴットを作り、これを Y 面方向にスライス加工して Y 面を持つ薄い基板(ウエハ)を作るという工程、あるいはそれでできた基板を簡潔に表現している。これは積演算が可能である。

【0114】" $Xx; Yy$ "という、 X 面を持つ種結晶の上に x 方向に厚くエピタキシャル成長して成長表面が X 面であるインゴットを作り、これを Y 面平行にスライス加工して Y 面を持つ薄い基板(ウエハ)を得て、さらに Y 面基板を種結晶として y 方向にエピ成長して成長表面が Y 面であるインゴットを得るという工程、あるいは Y 面を持つインゴットを意味するものとする。

【0115】" $Xx; Yy; Z$ "という、 X 面を持つ種結晶の上に x 方向に厚くエピタキシャル成長して成長表面が X 面であるインゴットを作り、これを Y 面平行にスライス加工して Y 面を持つ薄い基板(ウエハ)を得て、さらに Y 面基板を種結晶として y 方向にエピ成長して成長表面が Y 面であるインゴットを得て、これを Z 面平行にスライス加工して Z 面を持つ基板(ウエハ)を作るという工程、あるいはその工程でできた基板を表現するものとする。

【0116】" $Xx; Yy; Zz$ "という、 X 面を持つ種結晶の上に x 方向に厚くエピタキシャル成長して成長表面が X 面であるインゴットを作り、これを Y 面平行にスライス加工して Y 面を持つ薄い基板(ウエハ)を得

て、さらにY面基板を種結晶としてy方向にエピ成長して成長表面がY面であるインゴットを得て、これをZ面平行にスライス加工してZ面を持つ基板(ウエハ)を作り、これを種結晶としてz方向にエピタキシャル成長してZ面を成長表面に持つインゴットを作る工程、あるいはその工程でできたインゴットを表現するものとする。以下同様である。

【0117】この表記を使うと、C面種結晶の上にc方向に厚くエピ成長しC面平行にスライス加工して複数のC面の基板を作製する従来のGa_N基板製造方法は、簡潔にCc;Cと表現することができる。スライス加工において、c;Cのように、;の前と後ろが同一だから貫通転位の低減効果がない。従来法=Cc;Cだというように記憶すれば本発明の相違点はすぐにわかるであろう。本発明は結局のところスライス加工の;において前と後ろの方位が異なり、転位方向とスライス加工後の切断表面方向が同一になるから貫通転位低減の効果があるのである。そのために結晶成長方向と転位延長方向が合致しなければならないから方位は先述のC、M、Aに限られる。つまり本発明の骨子は簡単にいえば

【0118】 $x;Y \quad (x \neq y) \quad (10)$

【0119】という式に尽きる。これが本発明を端的に表現している。成長面(X)と切断面(Y)が違うということである。これによって貫通転位密度を減らしているのである。これに対して従来法は $x;X$ だということである。

【0120】以下、3つの面M、A、Cの相互の変換だけに話を限局する。大文字のM、A、Cは面方位、面、基板を意味する。小文字m、a、cは成長方向、インゴット(結晶)あるいはその方向の成長を意味するものとする。また図形によってこれら成長方向の変換を直感的に表現するようにする。

【0121】図13のように下向きの3種類の矢印によって成長方向を表現する。 $m=\langle 1-100 \rangle$ を左下向きの矢印とする。 $a=\langle 11-20 \rangle$ を右下向きの矢印とする。 $c=\langle 0001 \rangle$ を下向きの矢印とする。矢印は成長の進行を示す。多段階成長の場合は下へ下へと成*

| | | |
|---------------|---------------|---------------|
| (7) c; Aa; M | (8) c; Aa; C | (9) c; Mm; A |
| (10) c; Mm; C | (11) m; Cc; A | (12) m; Cc; M |
| (13) m; Aa; C | (14) m; Aa; M | (15) a; Cc; M |
| (16) a; Cc; A | (17) a; Mm; C | (18) a; Mm; A |

(13)

【0130】ただし種結晶とインゴット結晶の組み合わせは常にMm、Cc、Aaというように同一であるから、図面では単純にm、c、aと描く。これらは等しく2回の転位低減の効果がある。しかし実際に結晶成長す※

| | |
|--------------|---------------|
| (7) c; Aa; M | (8) c; Aa; C |
| (9) c; Mm; A | (10) c; Mm; C |

(14)

【0132】である。最終のウエハとしてC面ウエハが要求される事が多いので、さらに重要なのは

*長方向を示す矢印が連続する。このような結晶成長の変換を示すものを結晶成長ダイヤグラムと呼ぶ。図14～図18は本発明の主な結晶成長のダイヤグラムである。

【0122】一段階の成長と一回のスライス加工によって基板を作る場合、本発明は次の6つ(3×2)の場合に限られる。これを図14に示す。

【0123】

| | |
|----------|----------|
| (1) m; A | (2) a; M |
| (3) a; C | (4) m; C |
| (5) c; M | (6) c; A |

(11)

【0124】転位低減効果は、;の前後のアルファベットが異なるということによって表現される。この6つは基本形である。つまり本発明によって否定されているのはc;C、a;A、m;Mの3つである。特に従来法はc;Cである。

【0125】例えば(1)Mm;AというのはM面種結晶{1-100}面を使ってm方向のエピ成長をしてM面を成長表面に持つインゴットを作り、A面({11-20}面)に平行にスライス加工し、A面を持つ基板を作ったということである。この6つの場合の中で特にCとM、CとAが製造の容易さから重要である。つまり製造の容易さからは次の4つが有望である。

【0126】

| | |
|----------|----------|
| (6) c; A | (5) c; M |
| (4) m; C | (3) a; C |

(12)

【0127】この4つを以下において、CAタイプ(6)、CMタイプ(5)、MCタイプ(4)、ACタイプ(3)と呼ぶことがある。式(11)には他に1段階成長としてMAタイプ(1)とAM(2)タイプが含まれる。この二つも興味深い組み合わせであるが実際の成長工程では使いにくいから以後はあまり述べない。

【0128】一段階成長で6つの場合があるから、2段階成長だとそれに続く異なる2方位が可能なので $6 \times 2 = 12$ の異なる成長方法がある。例えば2段階成長の純粹形の12の場合を次に挙げる。これのダイヤグラムを図15に示す。

【0129】

| | | |
|---------------|---------------|---------------|
| (7) c; Aa; M | (8) c; Aa; C | (9) c; Mm; A |
| (10) c; Mm; C | (11) m; Cc; A | (12) m; Cc; M |
| (13) m; Aa; C | (14) m; Aa; M | (15) a; Cc; M |
| (16) a; Cc; A | (17) a; Mm; C | (18) a; Mm; A |

(13)

※る場合は、c軸方向に成長させることが多いので、このうち特に重要なのは

【0131】

【0133】

(8) c ; A a ; C (10) c ; Mm ; C (15)

【0134】の二つである。

* 成長方法がある。これを図16に示す。

【0135】3段階成長だと、 $6 \times 2 \times 2 = 24$ の異なる * 【0136】

(19) c ; A a ; Mm ; C (20) c ; A a ; C c ; M (21) c ; Mm ; A a ;
C
(22) c ; Mm ; C c ; M (23) m ; C c ; A a ; M (24) m ; C c ; Mm ;
A
(25) m ; A a ; C c ; A (26) m ; A a ; Mm ; C (27) a ; C c ; Mm ;
A
(28) a ; C c ; A a ; C (29) a ; Mm ; C c ; A (30) a ; Mm ; A a ;
C
(31) c ; A a ; Mm ; A (32) c ; A a ; C c ; A (33) c ; Mm ; A a ;
M
(34) c ; Mm ; C c ; A (35) m ; C c ; A a ; C (36) m ; C c ; Mm ;
C
(37) m ; A a ; C c ; M (38) m ; A a ; Mm ; A (39) a ; C c ; Mm ;
C
(40) a ; C c ; A a ; M (41) a ; Mm ; C c ; M (42) a ; Mm ; A a ;
M

(16)

※ $3 \times 3 \times 3 - 3 = 24$ 、3段階成長の場合 $3 \times 3 \times 3 \times 3 - 3 = 78$ の種類の製造方法、基板を含むことになる。

2段階成長の場合の24の組み合わせというのは、式(13)の12の他に12組があるということである。

【0139】1段階目に転位低減効果があり2段階目は転位低減効果がないというようなものに限ると(これは結局1段階成長の場合に還元されるわけである。)次の6つになる。図17にこれを示す。

【0140】

【0138】そうであれば本発明は、2段階成長の場合※30

(43) c ; A a ; A (44) c ; Mm ; M (45) m ; C c ; C
(46) a ; C c ; C (47) a ; Mm ; M (48) m ; A a ; A (17)

【0141】1段階目に転位低減効果がなく2段階目は★つになる。図18にこれを示す。
転位低減効果があるというようなものに限ると、次の6★ 【0142】

(49) c ; C c ; A (50) c ; C c ; M (51) m ; Mm ; C
(52) a ; A a ; C (53) a ; A a ; M (54) m ; Mm ; A (18)

【0143】この場合も最初の成長の方向はc軸方向であることが多いので、その意味で重要なのは4つである。するとC面成長から出発するとすれば式(15)と合わせて

【0144】

(8) c ; A a ; C (10) c ; Mm ; C
(43) c ; A a ; A (44) c ; Mm ; M
(49) c ; C c ; A (50) c ; C c ; M (19)

【0145】が重要だということになる。上の2つは2

1~4 = m ; A (1) a ; M (2) a ; C (3) m ; C (4) c ; M (5) c ; A (6)
5 = m ; C (4)
6 = a ; C (3)
7 = Mm ; C (4)
8×7 = c ; Mm ; C (10) (58)

40

クレーム自体かなり複雑である。簡単には相互の関係を理解できない。そこでクレームに挙げられたものがどれに当たるのかを略記し理解を容易にしよう。後ろに付けたのはダイアグラムに付した番号である。

【0147】

25

26

$$9 \times 7 = m; Mm; C(51)$$

【0148】

$$10 = Aa; C(3)$$

$$11 \times 10 = c; Aa; C(8)$$

$$12 \times 10 = a; Aa; C(52)$$

$$13 = c; M(5)$$

$$14 = Cc; M(5)$$

$$15 \times 14 = Aa; Cc; M(15) \quad Mm; Cc; M(12)$$

$$16 \times 14 = Cc; Cc; M(50)$$

$$17 = c; A(6)$$

【0149】

$$18 = Cc; A(6)$$

$$19 \times 18 = Aa; Cc; A(16) \quad Mm; Cc; A(11)$$

$$20 \times 18 = Cc; Cc; A(49)$$

$$21 \sim 26 = m; A(1) \quad a; M(2) \quad a; C(3) \quad m; C(4) \quad c; M(5) \quad c; A(6)$$

$$27, 28 = m; C(4)$$

$$29, 30 = a; C(3)$$

$$31, 32 = c; M(5)$$

$$33, 34 = c; A(6)$$

$$37 = c; Aa; A(43) \quad a; Mm; M(47) \quad m; Cc; C(45)$$

$$c; Mm; M(44) \quad m; Aa; A(48) \quad a; Cc; C(46)$$

$$38 = c; Aa; A(43) \quad a; Mm; M(47) \quad m; Cc; C(45)$$

$$c; Mm; M(44) \quad m; Aa; A(48) \quad a; Cc; C(46)$$

$$39 = m; Cc; C(45)$$

$$40 = a; Cc; C(46)$$

$$41 = c; Mm; M(44)$$

【0150】本発明が提案する基板において、表面に平行に転位が走っている。だから表面に露呈している貫通転位の数が減少する（請求項23、請求項24）。これは $c; M, m; A, a; C, c; A, a; M, m; C$ の6つの場合を意味している。また転位の走る方向は主に定まった一方向であり、それによって貫通転位が少なくなるのである（請求項25、26）。これも同じことで $c; M, m; A, a; C, c; A, a; M, m; C$ の6つの組を意味している。

【0151】より具体的な本発明のGaN基板の方位の組み合わせについて述べよう。成長方向と切り出し面の方向によって4つのタイプイ、ロ、ハ、ニが可能である。

【0152】イ. $\{1-100\} / \{0001\}$ のMCタイプ ($m; C$ と $Mm; C$)

結晶成長面が $\{1-100\}$ 面であり、結晶成長方向と平行な $\{0001\}$ 面でスライス加工した $\{0001\}$ 面を有する単結晶GaAs基板の製造方法（請求項5）。その種結晶は $\{1-100\}$ 面を有する（請求項7）。GaN基板の表面は $\{0001\}$ 面で、貫通転位方向は $\{1-100\}$ である。

【0153】ロ. $\{11-20\} / \{0001\}$ のACタイプ ($a; C$ と $Aa; C$)

結晶成長面が $\{11-20\}$ 面であり、結晶成長方向と

平行な $\{0001\}$ 面でスライス加工した $\{0001\}$ 面を有する単結晶GaAs基板の製造方法（請求項6）。

【0154】その種結晶は $\{11-20\}$ 面を有する（請求項10）。GaN基板の表面は $\{0001\}$ 面で、貫通転位方向は $\{11-20\}$ である。

ハ. $\{0001\} / \{1-100\}$ のCMタイプ ($c; M$ と $Cc; M$)

【0155】結晶成長面が $\{0001\}$ 面であり、結晶成長方向と平行な $\{1-100\}$ 面でスライス加工した $\{1-100\}$ 面を有する単結晶GaAs基板の製造方法（請求項13）。

【0156】その種結晶は $\{0001\}$ 面を有する（請求項14）。GaN基板の表面は $\{1-100\}$ 面で、貫通転位方向は $\{0001\}$ である。

【0157】ニ. $\{0001\} / \{11-20\}$ のCAタイプ ($c; A$ と $Cc; A$)

結晶成長面が $\{0001\}$ 面であり、結晶成長方向と平行な $\{11-20\}$ 面でスライス加工した $\{11-20\}$ 面を有する単結晶GaAs基板の製造方法（請求項17）。

【0158】その種結晶は $\{0001\}$ 面を有する（請求項18）。GaN基板の表面は $\{11-20\}$ 面で、貫通転位方向は $\{0001\}$ である。

【0159】イ（ $\{1-100\} / \{0001\}$ ）MC
タイプの種結晶の作製方法（Mm）

GaN結晶を、 $\{1-100\}$ 面方向（m）に結晶成長
させる場合に必要の $\{1-100\}$ 面を有する種結晶
（M）は次のようにして製造する。イの1.（000
1）面を成長面として成長させたGaN結晶から、成長
方向と平行な $\{1-100\}$ 面で切り出す（請求項8）
ことによって製造できる。先ほどの表記法でc；Mであ
る。イの2. $\{1-100\}$ 面を成長面として成長させ
たGaN結晶から、成長方向と垂直に $\{1-100\}$ 面
で切り出す（請求項9）ことによって製造できる。先ほ
どの表記ではm；Mである。イの1の種結晶の場合、フ
ァセット面からなるピットの形成が見られる場合がある
が、ピット底への転位集中がおきても、切り出した $\{1-100\}$ 面の貫通転位は高くないので問題はない。貫
通転位密度の小さな種結晶から成長した結晶は、転位密
度が小さい。さらにその後、成長方向に平行（転位の延
びる方向）に切り出した場合、さらに小さな貫通転位密
度になることが期待できる。

【0160】ロ（ $\{11-20\} / \{0001\}$ ）AC
タイプの種結晶の作製方法（Aa）

GaN結晶を、 $\{11-20\}$ 面方向（a）に結晶成長
させる場合に必要の $\{11-20\}$ 面を有する種結晶
（A）は次のようにして製造する。

ロの1.（0001）面を成長面として成長させたGaN
結晶から、成長方向と平行な $\{11-20\}$ 面で切り
出す（請求項11）ことによって製造できる（c；
A）。

ロの2. $\{11-20\}$ 面を成長面として成長させたGaN
結晶から、成長方向と垂直に $\{11-20\}$ 面で切り
出す（請求項12）ことによって製造できる（a；
A）。

ロの1の種結晶の場合、ファセット面からなるピットの
形成が見られる場合があるが、ピット底への転位集中が
おきても、切り出した $\{11-20\}$ 面の貫通転位は高
くないので問題はない。貫通転位密度の小さな種結晶
から成長した結晶は、転位密度が小さい。さらにその後、
成長方向に平行（転位の延びる方向）に切り出した場
合、さらに小さな貫通転位密度になることが期待でき
る。

【0161】ハ（ $\{0001\} / \{1-100\}$ ）CM
タイプの種結晶の作製方法（Cc）

GaN結晶を、 $\{0001\}$ 面方向（c）に結晶成長さ
せる場合に必要の $\{0001\}$ 面を有する種結晶（C）
は次のようにして製造する。

ハの1. $\{11-20\}$ 面を成長面として成長させたGaN
結晶から、成長方向と平行な $\{0001\}$ 面で切り
出す（請求項15）ことによって製造できる（a；
C）。

ハの2. $\{1-100\}$ 面を成長面として成長させたG

aN結晶から、成長方向と平行な $\{0001\}$ 面で切り
出す（請求項15）ことによって製造できる（m；
C）。

ハの3. $\{0001\}$ 面を成長面として成長させたGaN
結晶から、成長方向と垂直に $\{0001\}$ 面で切り出
す（請求項16）ことによって製造できる（c；C）。

ハの1、ハの2の種結晶の製造方法自体（a；C、m；
C）が本発明の技術思想の実施に他ならず、種結晶自体
にも相当な低貫通転位密度が期待される。その上に本発
明の思想によって、あるいは本発明の思想によらず、厚
い結晶インゴットをエピタキシャル成長させる。貫通転
位密度の小さな種結晶から成長した結晶は、転位密度が
小さい。さらにその後、成長方向に平行（転位の延びる
方向）に切り出した場合、さらに小さな貫通転位密度に
なることが期待できる。

【0162】ニ（ $\{0001\} / \{11-20\}$ ）C
Aタイプの種結晶の作製方法（Cc）

GaN結晶を、 $\{0001\}$ 面方向（c）に結晶成長さ
せる場合に必要の $\{0001\}$ 面を有する種結晶（C）
は次のようにして製造する。

ニの1. $\{11-20\}$ 面を成長面として成長させたGaN
結晶から、成長方向と平行な $\{0001\}$ 面で切り
出す（請求項19）ことによって製造できる（a；
C）。

ニの2. $\{1-100\}$ 面を成長面として成長させたGaN
結晶から、成長方向と平行な $\{0001\}$ 面で切り
出す（請求項19）ことによって製造できる（m；
C）。

ニの3. $\{0001\}$ 面を成長面として成長させたGaN
結晶から、成長方向と垂直に $\{0001\}$ 面で切り出
す（請求項20）ことによって製造できる（c；
C）。

ニの1、ニの2の種結晶の製造方法自体（a；C、m；
C）が本発明の技術思想の実施に他ならず、種結晶自体
にも相当な低貫通転位密度が期待される。貫通転位密度
の小さな種結晶から成長した結晶は、転位密度が小さ
い。さらにその後、成長方向に平行（転位の延びる方
向）に切り出した場合、さらに小さな貫通転位密度に
なることが期待できる。

【0163】こうして得られたGaN基板は次のような
特徴を有する基板となる。

【イ、MCタイプ（m；C）（4）】基板表面が $\{0001\}$
面であり、基板内に主に $\langle 1-100 \rangle$ 方向に転位
が走って存在しており、これによって低転位化がなされ
た単結晶GaN基板（請求項27、28）。

【ロ、ACタイプ（a；C）（3）】基板表面が $\{0001\}$
面であり、基板内に主に $\langle 11-20 \rangle$ 方向に転位
が走って存在しており、これによって低転位化がなされ
た単結晶GaN基板（請求項29、30）。

【ハ、CMタイプ（c；M）（5）】基板表面が $\{1-1$

00}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在しており、これによって低転位化がなされた単結晶GaN基板(請求項31、32)。

〔二、CAタイプ(c;A)(6)〕基板表面が{11-20}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在しており、これによって低転位化がなされた単結晶GaN基板(請求項33、34)。

【0164】これらの発明によるGaN基板表面での貫通転位を測定した。貫通転位密度が $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下であることを確認した。

| | | | |
|--------|--------|--------|--------|
| c;Aa;C | c;Mm;C | c;Aa;M | c;Mm;A |
| m;Aa;C | m;Aa;M | m;Cc;A | m;Cc;M |
| a;Cc;M | a;Cc;A | a;Mm;C | a;Mm;A |

【0168】の12種類の場合がある。これらはいずれも同じ効果がある。しかし実際にはGaAsなど異物質を基板に使うc軸方向に最初の成長を行う事が多い。※

| | | | |
|--------|--------|--------|--------|
| c;Mm;C | c;Mm;A | c;Aa;C | c;Aa;M |
|--------|--------|--------|--------|

【0170】の4種類である。しかも出来上がった基板自体にもC面を持つ基板が要求されることが多い。その場合には、さらに絞られて、2段階転位減少機構を持つ場合は

【0171】c;Mm;C c;Aa;C

の2種類に絞られるのである。

【0172】しかし2重の成長において1回だけ本発明の思想を適用するという事も可能である。結晶成長方向と平行な面でスライス加工することにより、スライス加工面で基板表面を貫通する貫通転位を低減したGaN単結晶を種結晶として、或いは基板内部において基板表面に平行に主に一方の転位が走って存在する単結晶GaN基板を種結晶として用い、その種結晶上の成長において、成長方向と垂直な面でスライス加工することによって、低転位のGaN基板が得られる(請求項37、38)。本発明の思想からすると中途半端であるが、1回の低転位化で十分な場合もある。前記の表現では、

【0173】

| | |
|--------|--------|
| c;Aa;A | c;Mm;M |
| m;Aa;A | m;Cc;C |
| a;Cc;C | a;Mm;M |

【0174】の6種類である。

【0175】これは本発明によって既に低転位になっている結晶を種結晶として利用して、その種結晶上に成長させて製造した結晶を成長方向と垂直な面でスライス加工することによって低転位の基板を製造することができる。最終のスライス加工時においては、貫通転位が表面に垂直に走り、必ずしも好ましくないが、種結晶での貫通転位が低減しているから、比較的低転位のGaN基板を得る事ができるのである。

【0176】具体的には、請求項5、請求項6で記述した、結晶成長面が{1-100}であり、結晶成長方向と平行な(0001)面でスライス加工した単結晶や、

*【0165】なお、これらの発明は、表面の貫通転位を低減したGaN結晶を種結晶に用いて、GaN結晶を製造するときにも適用することができる。

【0166】つまり種結晶自体を製造するのに本発明を用い、種結晶から大きい単結晶を作る場合にも本発明を重ねて適用するということが可能である。2段階成長をすると言っているのである。二重に本発明の転位低減機構を用いる。だから2重に貫通転位を減らすことができる。前記の表現では、

*10 【0167】

※するとこの12の中でも実際に重要なのは、

【0169】

結晶成長面が{11-20}面であり、結晶成長方向と平行な(0001)面でスライス加工した単結晶を種結晶として利用する。これら(0001)面を持つ種結晶を使って<0001>方向に結晶成長させ({0001}面を成長面として)成長させ、その成長方向と垂直な(0001)面でスライス加工することによって、比較的低転位のGaN結晶を得ることができる(請求項39、40)。

【0177】また、請求項13で述べた結晶成長面が(0001)面であり、その結晶成長方向と平行な{1-100}面でスライス加工した単結晶を種結晶として、その上に{1-100}面を成長面として、GaN単結晶を成長させ、成長方向と垂直な{1-100}面でスライス加工することによって比較的低転位のGaN結晶を得る事ができる(請求項41)。

【0178】本発明の結晶成長方法は、気相成長法を利用できる。例えば、HVPE(Hydride Vapor Phase Epitaxy)、MOCVD法(Metallorganic Chemical Vapor Deposition)、有機金属塩化物気相成長法(Metallorganic Chloride Vapor Phase Epitaxy)、昇華法(Sublimation method)がGaN成長に適している。本発明は気相成長法を基本とするが、必ずしも気相成長法に限定されるものではない。超高压化で合成する超高压合成法を適用して本発明のGaN結晶を作製することもできる。

【0179】

【実施例】気相成長法のうちでも、最も簡便であって、成長速度が速いと考えられるHVPE法による場合について本発明の実施例を幾つか述べる。成長方法はMOCVD法でも昇華法でも有機金属塩化物気相成長法でもよい。いずれにも適用できる。

【0180】HVPE法というのは、ホットウオール型の炉内において、上流部でGaメタルと、HClガスを反応させ、GaClガスを合成し、基板付近において新

たに流された NH_3 ガスと GaCl ガスとの反応により、基板上に GaN を成長させる方法である。

【0181】実施例は5つあるが、よく似ており違いが分かりにくく関係が複雑である。予め前記の表記法で実*

| | | | |
|------|---------------------|---------------------|-----------|
| 実施例1 | (55)c ; A (6) | (56)c ; M (5) | (57)c ; C |
| 実施例2 | (58)c ; Mm ; C (10) | (59)c ; Mm ; Mm ; C | |
| 実施例3 | (60)c ; Aa ; C (8) | (61)c ; Aa ; Aa ; C | |
| 実施例4 | (62)c ; Mm ; Cc ; M | (63)c ; Mm ; Cc ; A | |
| | (64)c ; Mm ; Cc ; C | | |
| 実施例5 | (65)c ; Aa ; Cc ; A | (66)c ; Aa ; Cc ; M | |
| | (67)c ; Aa ; Cc ; C | | |

【0183】実施例1で種結晶AとMとCを作る。実施例2は実施例1の種結晶Mからインゴットmを成長させ基板C、Mを切り出す。実施例3は実施例1の種結晶Aからインゴットaを成長させ基板C、Aを切り出す。実施例4は実施例2の基板Cからインゴットcを作り基板C、M、Aを切り出す。実施例5は実施例3の基板Cからインゴットcを作り基板C、M、Aを切り出す。

【0184】〔実施例1：種結晶の作製 (c ; A、c ; M、 c ; C)〕

まずは、 GaAs 基板から GaN をc軸方向に成長させて、A面、M面、C面を持つ GaN 種結晶を作製する。

【0185】(イ) 基板

結晶成長を始めるべき基板として、 GaAs 基板を用いる。 GaAs 基板を用いて GaN を成長させる場合、 GaN が六方晶系で GaAs が立方晶系であるから対称性をあわせるために、 GaAs の(111)面を持つ基板を用いることにする。

【0186】(ロ) SiO_2 マスク

GaAs (111) 基板の全面に、プラズマCVD法によって、0.1 μm 厚みの SiO_2 膜をマスクとして形成した。その後、フォトリソグラフィによってマスクに窓を明けた。

【0187】(ハ) 窓の形成

マスク窓はストライプ型や、ドット型など様々の形状が可能である。ここではドット状の窓を形成した。ドット型窓は直径2 μm 程度の寸法で、 GaAs 基板の<11-2>方向に4 μm ピッチで複数個1列に配置し、この※

| | |
|--------------------|----------------------------------|
| 成長温度 | 約500℃ (約773K) |
| NH_3 ガス分圧 | 0.2 atm (20 kPa) |
| HCl ガス分圧 | 2×10^{-3} atm (0.2 kPa) |
| 成長時間 | 30分 |
| 膜厚 | 80 nm |

【0192】この段階では、マスク窓の GaAs 基板表面に GaN バッファ層が成長する(マスク厚みは100 nmで、バッファ層厚みは80 nm)。バッファ層は低温で成長させ GaAs と GaN の格子定数の不整合を調整する作用がある。

【0193】(ヘ) GaN エピタキシャル層の形成

さらにその上へ高温で GaN エピ層を成長させる。条件

* 施例を分類しておこう。図19～図23に実施例1～5の場合のダイアグラムを示す。

【0182】

※ドット列から<1-10>方向に3.5 μm 離れた部位にやはり<11-2>方向に4 μm ピッチでドット窓を複数個1列に配置した。ただし隣接行でドット列を列方向に2 μm ずらしている。つまり任意の最近接の3つのドット窓が1辺4 μm の正三角形を構成するような二次元的な広がりを持つ窓配置としたのである。マスクはこのような窓を繰り返し設けたものである(図2)。

【0188】(二) HVPE装置

その後、マスクを形成した GaAs 基板状にHVPE法(図1)によって GaN の成長を行った。常圧の反応炉の内部に Ga 金属のポートが設けられる。 Ga 金属は熔融状態にある。その下方のサンプルの上に(111) GaAs 基板が置かれている。キャリアガスはすべて水素ガス H_2 とする。使用するガスは HCl ガス($\text{H}_2 + \text{HCl}$)と、 NH_3 ガス($\text{H}_2 + \text{NH}_3$)である。

【0189】800℃以上に加熱された Ga 金属ポートに HCl ガスを流す。 HCl ガスと Ga が反応して、 GaCl ガスが合成される。このガスが加熱された基板近くに流れると基板付近に流されている NH_3 ガスと反応して、 GaN となり GaAs 基板上に GaN の層を形成する。

【0190】このHVPE装置は長時間の成長が可能な装置になっている。 GaN 膜の成長速度は遅く、しかもかなり厚い GaN 結晶を成長させる必要があるからである。

【0191】(ホ) GaN バッファ層形成

次の条件で80 nmの GaN バッファ層を形成した。

は次のとおりである。

| | |
|--------------------|--------------------------------|
| 成長温度 | 1020℃ (1293K) |
| NH_3 ガス分圧 | 0.3 atm (30 kPa) |
| HCl ガス分圧 | 2×10^{-2} atm (2 kPa) |
| 成長時間 | 約180時間 |
| 膜厚 | 3 cm |

【0194】こうして高さが約3 cmの GaN インゴツ

トを成長させることができた。このGa_{0.9}N_{0.1}インゴットの成長方向はc軸方向であり、成長面はC面(0001)面である。長く延びたインゴットは小文字のアルファベットで表現することにする。これはC面を持つインゴットでGaAsからヘテロエピタキシャル成長した第1世代のインゴットであるから、“c₁”というように表記できる。

【0195】成長面を顕微鏡で観察すると、{11-22}面、{1-102}面などからなる逆六角錐、逆十二角錐からなるファセットからなる成長ピットが形成されており、その成長ピットの底には、成長面と垂直方向に転位の集合した束が存在しているという事が分かつ*

(1) 主面を{1-100}とする種結晶(M₁とする) (56)

(2) 主面を{11-20}面とする種結晶(A₁とする) (55)

(3) 主面を{0001}面とする種結晶(C₁とする) (57)

【0199】Ga_{0.9}N_{0.1}インゴットは(0001)面を表面にしているから、表面と平行に切り出す従来法であるとC₁基板を切り出すだけであった。ところが本発明はそのような常識を覆して表面に直角に切り出し、M₁とA₁のような基板をも作製している。前述の表記法ではc;Mとc;Aに当たる。

【0200】これらの種結晶はGaAs基板を元にしてエピタキシャル成長して作った第1世代のものであるから、“1”というサフィックスを付ける。これらの種結晶M₁、A₁、C₁の評価を行った。

【0201】(チ)種結晶の評価

〔種結晶C₁の評価(c;C)〕主面を{0001}面とする種結晶C₁については、貫通転位の存在をEPD(Etch Pit Density)によって評価した。ただし、本来の転位と測定されたピットとの関係は充分に明らかにはなっていない。エッチピットを表面に出すためにウェットエッチングを行った。エッチャントは磷酸と硫酸の混酸である。種結晶を温度250℃でエッチングすると表面にピットが現れる。

【0202】顕微鏡で観察すると、転位の集合束の部分で大きなピットが発生していることがわかった。それ以外の部分ではエッチピット密度は相当に低いということが分かった。

【0203】カソードルミネッセンス(CL)によって結晶を評価すると、転位の束のある位置とこのエッチングによって現れたピットの位置が完全に一致するという事が分かった。

【0204】検出されたピットは、転位の束に相当する直径10μm~20μm径の相当に大きなピットから、1μm程度の直径の小さなピットも見られた。

【0205】このように貫通転位の存在に分布があるため、貫通転位密度としては、ひとつの数値によって表現する事は困難である。

【0206】しかし、これらのピットを大小の規模を無視して数えてエッチピットを求めると5×10⁵ cm

*た。

【0196】つまり、この結晶中には、成長方向であるc軸方向[0001]に転位が延びているということを確認した。

【0197】(ト)種結晶の作製(c₁→M₁、A₁、C₁)

3cmもの厚みを持つので、この(0001)成長面を持つこのインゴットから様々の方位を持つ種結晶を切り出すことができる。ここでは次の3種類の面方位を持つ種結晶を切り出した。

【0198】

の程度であった。従来のGa_{0.9}N_{0.1}結晶の転位密度は10⁷ cm⁻²以上であったから、それに比較して極めてEPDが少なくなっているということが確認された。

【0207】〔種結晶M₁の評価(c;M)〕主面を{1-100}面とする種結晶M₁についても同様の方法でEPDを測定した。これもかなりピットが低減しているということがわかった。ただし種結晶M₁には、[0001]方向にピット列が存在しているということが確認された。そのピット列は1列でなく、かなり密集した複数の列からなる。反面ピット列とピット列の間にはピットの全く存在しない領域が見られた。ピットの存在しない領域の幅は場所によって異なるが、平均200μm程度であった。

【0208】〔種結晶A₁の評価(c;A)〕主面を{11-20}面とする種結晶A₁についても同様の方法でEPDを測定した。これもかなりピットが低減しているということがわかった。ただし種結晶A₁には、[0001]方向にピット列が存在しているということが確認された。そのピット列は1列でなく、かなり密集した複数の列からなる。反面ピット列とピット列の間にはピットの全く存在しない領域が見られた。ピットの存在しない領域の幅は、場所によって異なるが、平均200μm程度であった。

【0209】これらの種結晶C₁、A₁、M₁の内、A₁とM₁を種結晶として用いて次にGa_{0.9}N_{0.1}インゴットを作製する。そうするとインゴットを切断することによって多数の基板を製造することができる。

【0210】実施例2は種結晶M₁を、実施例3は種結晶A₁を出発原料としてGa_{0.9}N_{0.1}インゴットを作製するようになったものである。

【0211】種結晶C₁を出発原料とする場合は本発明のカテゴリに含まれない。だからこの種結晶C₁を原料とするものについてはここでは述べない。しかし種結晶Cが全て否定されるではない。後で説明するが本発明の手法によって一旦貫通転位を低減した種結晶Cは出発原

料とすることができるのである。

【0212】【実施例2：Ga_{0.9}Nインゴットm₂の作製（種結晶M₁を使って：c；Mm）】実施例1で作った主面を{1-100}面とするGa_{0.9}N種結晶M₁を用いて下記のようなGa_{0.9}Nインゴット（m₂）を作製した。このインゴットはGa_{0.9}N成長としては2世代になるから“2”というサフィックスを付した。先述の表記法ではc；Mmという成長である。

【0213】実施例1の種結晶製造のためのインゴットの成長と同じHVPE炉を用いて結晶成長を行った。キャリアガスは全てH₂ガスである。用いるガスはNH₃ガス（NH₃+H₂）、HClガス（H₂+HCl）である。成長条件は

【0214】

| | |
|----------------------|------------------------------|
| 成長温度 | 1020℃（1293K） |
| NH ₃ ガス分圧 | 0.3atm（30kPa） |
| HClガス分圧 | 2×10 ⁻² atm（2kPa） |
| 成長時間 | 約180時間 |
| 膜厚 | 2.5cm |

【0215】であった。成長方向は種結晶の主面{1-100}面（M面）に垂直な<1-100>方向（m方向という）である。よって最終的な成長表面は{1-100}面であった。表面状態は鏡面であった。インゴットm₂の高さは約2.5cmであった。

【0216】（a）（C面を持つ）C_{m2}基板の作製（c；Mm；C）（58）

このインゴットm₂を内周刃スライサーにより、成長方向<1-100>に平行かつ（0001）面に平行の方向にスライスして基板を切り出した。つまり貫通転位と平行にスライス加工したのである。前述の表記法に従えば、これはc；Mm；Cということである。種結晶M₁から作られた第2世代の基板であるから履歴を含ませてこれをC_{m2}基板と書くことにする。こうして（0001）面（C面）を表面に持つGa_{0.9}N単結晶基板25枚を切り出すことができた。

【0217】それらのGa_{0.9}N基板（C_{m2}）は厚さ0.7mmで、25mm×30mm程度の1インチサイズの基板であった。その後、これらの基板を研磨加工した。その結果表面に加工変質層を持たない、半導体基板として使用可能な基板が得られた。

【0218】C_{m2}基板について評価を実施した。基板C_{m2}の基板面（0001）Ga面をカソードルミネセンスにより評価した。種結晶M₁を切り出すべき当初のGa_{0.9}N結晶c₁の（0001）面に見られたような転位の集合はまったく見られず表面の状態は改善されている事が分かった。EPDを測定することによって同じ基板を評価した。初めの種結晶（C面）とは違って、10μm～20μm径の大きいピットは全く観察されなかった。ピットは全て直径が1μm以下の小さなピットであった。しかもEPDは1×10⁴cm⁻²程度であって

非常な低転位密度であった。

【0219】この基板C_{m2}をTEM（透過型顕微鏡）により観察した。その結果これらの基板C_{m2}においては、（0001）面上には殆ど貫通転位が存在しないという事が分かった。転位の数はいくつかあるがそれらの転位は、基板面である（0001）面と平行である<1-100>方向（m方向）に主に走っているという事が判明した。インゴットの成長方向がm方向であり貫通転位の延長方向がこれに一致しているのである。貫通転位が基板表面に平行に走るの、基板表面における貫通転位は著しく低減している。

【0220】すなわち、C_{m2}は基板表面である（0001）面（C面）に平行（m方向）に転位が走って存在する事によって、基板表面の貫通転位を低減した基板であると言える。また、この転位の走る方向（m方向）は、Ga_{0.9}N結晶の成長方向（m方向）であり、この基板C_{m2}は結晶成長の成長方向（m方向）と平行な面でスライスした基板と言える。

【0221】（b）（M面を持つ）M_{m2}基板の作製（c；Mm；M）（59）

また種結晶M₁を使用してm方向に成長させたGa_{0.9}Nインゴットm₂を、{1-100}面でスライス加工して同じ基板を多数作製した。これは初めから書くと、c；Mm；Mである。Ga_{0.9}Nの成長を2回繰り返しており、M基板を種結晶としているからこれはM_{m2}と書く事ができる。このM_{m2}基板が十分に低転位であることを確かめた。

【0222】（c）（A面を持つ）A_{m2}基板の作製（c；Mm；A）

また種結晶M₁を使用してm方向に成長させたGa_{0.9}Nインゴットm₂を、{11-20}面でスライス加工して同じ基板を多数作製した。これは初めから書くと、c；Mm；Aである。Ga_{0.9}Nの成長を2回繰り返しており、M基板を種結晶としているからこれはA_{m2}と書く事ができる。このA_{m2}基板が十分に低転位であることを確かめた。

【0223】（d）（C面を持つ）C_{a3}基板の作製（c；Mm；Aa；C）

2回の成長によって作製した（c）の基板A_{m2}を種結晶として、さらに<11-20>方向（a方向）へGa_{0.9}N単結晶を成長させてGa_{0.9}Nインゴットa₃を複数個作製した。さらにこれを（0001）面でスライス加工してC面を持つ多数の（0001）Ga_{0.9}N基板C_{a3}を作った。これはA基板を元にして作ったC基板であり3回の成長で作ったものだからC_{a3}と書ける。これは初めから書くとc；Mm；Aa；Cということになる。このC_{a3}基板は十分に低転位であることを確かめた。

【0224】【実施例3：Ga_{0.9}Nインゴットa₂の作製（種結晶A₁を使って：c；Aa）】実施例1で作った主面を{11-20}面とするGa_{0.9}N種結晶A₁を用い

10

20

30

40

50

て下記のようなGaNインゴット(a₂)を作製した。このインゴットはGaN成長としては2世代になるから"2"というサフィックスを付した。先述の表記法ではc;Aaという成長である。実施例1の種結晶製造のためのインゴットの成長と同じHVPE炉を用いて結晶成長を行った。キャリアガスは全てH₂ガスである。用いるガスはNH₃ガス(NH₃+H₂)、HClガス(H₂+HCl)である。成長条件は

【0225】

| | |
|----------------------|------------------------------|
| 成長温度 | 1020℃(1293K) |
| NH ₃ ガス分圧 | 0.3atm(30kPa) |
| HClガス分圧 | 2×10 ⁻² atm(2kPa) |
| 成長時間 | 約180時間 |
| 膜厚 | 2.5cm |

【0226】であった。成長方向は種結晶の主面{11-20}面(A面)に垂直な<11-20>方向(a方向)である。よって最終的な成長表面は{11-20}面であった。表面状態は、鏡面の部分もあるが、{1-100}面からなるファセットも有する面であった。インゴットa₂の高さは約2.5cmであった。

【0227】(a)(C面を持つ)C_{a2}基板の作製(c;Aa;C)(60)

このインゴットa₂を内周刃スライサーにより、成長方向<11-20>(a方向)に平行かつ(0001)面に平行の方向にスライスしてC面を持つ基板を切り出した。つまり貫通転位と平行にスライス加工したのである。

【0228】前述の表記法に従えば、これはc;Aa;Cということである。種結晶A₁から作られた第2世代の基板であるから履歴を含ませてこれをC_{a2}基板と書くことにする。こうして{0001}面(C面)を表面に持つGaN単結晶基板25枚を切り出すことができた。

【0229】それらのGaN基板(C_{a2})は厚さ0.7mmで、25mm×30mm程度の1インチサイズの基板であった。その後、これらの基板を研磨加工した。その結果表面に加工変質層を持たない、半導体基板として使用可能な基板C_{a2}が得られた。

【0230】C_{a2}基板について評価を実施した。基板C_{a2}の基板面(0001)Ga面をカソードルミネセンスにより評価した。種結晶A₁を切り出すべき当初のGaN結晶c₁の(0001)面に見られたような転位の集合はいっさい見られず表面の状態は改善されていた事が分かった。

【0231】EPDを測定することによって同じ基板を評価した。当初のGaN結晶c₁の(0001)面(C面)とは違って、10μm~20μm径の大きいピットは全く観察されなかった。ピットは全て直径が1μm以下の小さなピットであった。しかもEPDは4×10⁻⁴cm⁻²程度であって非常な低転位密度であった。

【0232】この基板C_{a2}をTEM(透過型顕微鏡)により観察した。その結果これらの基板C_{a2}においては、(0001)面上には殆ど貫通転位が存在しないという事が分かった。転位の数はいくつかあるがそれらの転位は、基板面である(0001)面と平行である<11-20>方向(a方向)に主に走っているという事が判明した。インゴットの成長方向がa方向であり貫通転位の延長方向がこれに一致しているのである。貫通転位が基板表面に平行に走るの、基板表面における貫通転位は著しく低減している。

【0233】すなわち、C_{a2}は基板表面である(0001)面(C面)に平行(a方向)に転位が走って存在する事によって、基板表面の貫通転位を低減した基板であると言える。また、この転位の走る方向(a方向)は、GaN結晶の成長方向(a方向)であり、この基板は結晶成長の成長方向(a方向)と平行な面でスライスした(0001)基板と言える。

【0234】(b)(A面を持つ)A_{a2}基板の作製(c;Aa;A)(61)

また種結晶A₁を使用してa方向に成長させたGaNインゴットa₂を、{11-20}面でスライス加工して同じ基板を多数作製した。これは初めから書くと、c;Aa;Aである。GaNの成長を2回繰り返して、A基板を種結晶としているからこれはA_{a2}と書く事ができる。このA_{a2}基板が十分に低転位であることを確かめた。

【0235】(c)(M面を持つ)M_{a2}基板の作製(c;Aa;M)

また種結晶A₁を使用してa方向に成長させたGaNインゴットa₂を、{1-100}面でスライス加工して同じ基板を多数作製した。これは初めから書くと、c;Aa;Mである。

【0236】GaNの成長を2回繰り返して、A基板を種結晶としているからこれはM_{a2}と書く事ができる。このM_{a2}基板が十分に低転位であることを確かめた。

【0237】(d)(C面を持つ)C_{m3}基板の作製(c;Aa;Mm;C)

2回の成長によって作製した基板M_{a2}を種結晶として、さらに<1-100>方向(m方向)へGaN単結晶を成長させてGaNインゴットm₃を複数個作製した。さらにこれを(0001)面でスライス加工してC面を持つ多数の(0001)GaN基板C_{m3}を作った。これはM基板を元にして作ったC基板であり3回の成長で作ったものだからC_{m3}と書ける。これは初めから書くとc;Aa;Mm;Cということになる。このC_{m3}基板は十分に低転位であることを確かめた。

【0238】【実施例4;GaNインゴットc₃の作製(種結晶C₂を使って:c;Mm;Cc)】実施例2(a)で作った主面を(0001)面とするGaN種結

晶 C_{m2} を用いて $\langle 0001 \rangle$ 方向(c方向)に成長させ下記のようなGa_{0.9}Nインゴット(c_3)を作製した。このインゴットはGa_{0.9}N成長としては3世代になるから"3"というサフィックスを付した。先述の表記法では $c; Mm; Cc$ という成長である。

【0239】実施例1の種結晶製造のためのインゴットの成長と同じHVPE炉を用いて結晶成長を行った。キャリアガスは全て H_2 ガスである。用いるガスは NH_3 ガス($NH_3 + H_2$)、 HCl ガス($H_2 + HCl$)である。成長条件は

【0240】

| | |
|-------------|--------------------------------|
| 成長温度 | 1020℃ (1293 K) |
| NH_3 ガス分圧 | 0.3 atm (30 kPa) |
| HCl ガス分圧 | 2×10^{-2} atm (2 kPa) |
| 成長時間 | 約180時間 |
| 膜厚 | 3 cm |

【0241】であった。成長方向は種結晶の主面(0001)面(C面)に垂直な $\langle 0001 \rangle$ 方向(c方向)である。最終的な成長表面は(0001)面であった。表面状態はやや成長ピットが存在する鏡面である。インゴット c_3 の高さは約3 cmであった。

【0242】(a) (C面を持つ) C_{c3} 基板の作製($c; Mm; Cc; C$) (64)

このインゴット c_3 を内周刃スライサーにより、成長方向(0001)面に垂直の方向にスライスして基板(C基板)を30枚切り出した。つまり貫通転位を横切る方向にスライス加工したのである。

【0243】前述の表記法に従えば、これは $c; Mm; Cc; C$ ということである。種結晶 C_2 から作られた第3世代の基板であるから履歴を含ませてこれを C_{c3} 基板と書くことにする。こうして{0001}面(C面)を表面に持つGa_{0.9}N(C_{c3})単結晶基板30枚を切り出すことができた。

【0244】それらのGa_{0.9}N基板(C_{c3})は厚さ0.7 mmで、30 mm×30 mm程度の1インチサイズの基板であった。その後、これらの基板を研磨加工した。その結果表面に加工変質層を持たない、半導体基板として使用可能な基板が得られた。

【0245】 C_{c3} 基板について評価を実施した。基板 C_{c3} の基板面(0001)Ga面をカソードルミネセンスにより評価した。種結晶 M_1 を切り出すべき当初のGa_{0.9}N結晶 c_1 の(0001)面に見られたような転位の集合はいっさい見られず表面の状態は改善されている事が分かった。

【0246】EPDを測定することによって同じ基板を評価した。初めの種結晶 M_1 を切り出すべき当初のGa_{0.9}N結晶 c_1 の(0001)面(C面)とは違って、10 $\mu m \sim 20 \mu m$ 径の大きいピットは全く観察されなかった。ピットは全て直径が1 μm 以下の小さなピットであった。しかもEPDは $1 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ 程度であって

非常な低転位密度であった。

【0247】この基板 C_{c3} をTEM(透過型顕微鏡)により観察した。その結果これらの基板 C_{c3} においては、(0001)面上には殆ど貫通転位が存在しないという事が分かった。転位の数は少ないがそれらの転位は、基板面である(0001)面と平行である $\langle 1-100 \rangle$ 方向(m方向) $\langle 11-20 \rangle$ 方向(a方向)にも殆ど貫通転位が走っていないという事が判明した。

【0248】低転位の理由は次のように考えられる。基板表面に貫通転位が走っている低転位のC面基板 C_{m3}

($c; Mm; C$)を種結晶としてc方向 $\langle 0001 \rangle$ 方向に成長させ低貫通転位の状態を $\langle 0001 \rangle$ 方向に転写した構造のインゴット c_3 ($c; Mm; Cc$)からC面でスライス加工した基板 C_{c3} ($c; Mm; Cc; C$)だからである。よって、基板 C_{c3} には、表面の貫通転位密度は低く、表面平行に走る転位も少ない。理想的な基板である。

【0249】(b) (M面を持つ) M_{c3} 基板の作製($c; Mm; Cc; M$) (62)

このインゴット c_3 を内周刃スライサーにより、成長方向 $\langle 0001 \rangle$ に平行な{1-100}面に平行にスライス加工して{1-100}面を持つ30枚の基板Mを切り出した。つまり貫通転位に平行にスライス加工したのである。これは本発明の思想にそう切り方である。

【0250】前述の表記法に従えば、これは $c; Mm; Cc; M$ ということである。種結晶 C_2 から作られた第3世代の基板であるから履歴を含ませてこれを M_{c3} 基板と書くことにする。こうして{1-100}面(M面)を表面に持つGa_{0.9}N単結晶基板30枚を切り出すことができた。

【0251】それらのGa_{0.9}N基板(M_{c3})は厚さ0.7 mmで、30 mm×25 mm程度の1インチサイズの基板であった。その後、これらの基板を研磨加工した。その結果表面に加工変質層を持たない、半導体基板として使用可能な基板 M_{c3} が得られた。

【0252】 M_{c3} 基板について評価を実施した。基板 M_{c3} の基板面{1-100}面をカソードルミネセンス(CL)により評価した。種結晶 M_1 を切り出すべき当初のGa_{0.9}N結晶 c_1 の(0001)面に見られたような転位の集合はいっさい見られず表面の状態は改善されている事が分かった。

【0253】EPDを測定することによって同じ基板 M_{c3} の{1-100}面を評価した。初めの種結晶 M_1 を切り出すべき当初のGa_{0.9}N結晶 c_1 の(0001)面(C面)とは違って、10 $\mu m \sim 20 \mu m$ 径の大きいピットは全く観察されなかった。ピットは全て直径が1 μm 以下の小さなピットであった。しかもEPDは $8 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ 程度であって非常な低転位密度であった。

【0254】この基板 M_{c3} の{1-100}面をTEM(透過型顕微鏡)により観察した。その結果これらの

基板 M_{c_3} においては、 $\{1-100\}$ 面上には殆ど貫通転位が存在しないという事が分かった。転位の数は少なく、少ない転位は基板面 $\{1-100\}$ に平行に走っていることが判明した。このために表面の低密度は大きく低減している。

【0255】低転位の理由は次のように考えられる。基板表面に貫通転位が走っている低転位の C 面基板 C_{m_2} ($c; Mm; C$) を種結晶として c 方向 $\langle 0001 \rangle$ 方向に成長させ低貫通転位の状態を $\langle 0001 \rangle$ 方向に転写した構造のインゴット c_3 ($c; Mm; Cc$) から成長方向と平行な M 面でスライス加工した基板 M_{c_3} ($c; Mm; Cc; M$) だからである。よって、基板 M_{c_3} には、表面の貫通転位密度は低く、表面平行に走る転位も少ない。理想的な基板である。

【0256】(c) (A 面を持つ) A_{c_3} 基板の作製 ($c; Mm; Cc; A$) (63)

このインゴット c_3 を内周刃スライサーにより、成長方向 $\langle 0001 \rangle$ に平行な $\{11-20\}$ 面に平行にスライス加工して $\{11-20\}$ 面を持つ 30 枚の基板 A を切り出した。つまり貫通転位に平行にスライス加工したのである。これは本発明の思想にそう切り方である。

【0257】前述の表記法に従えば、これは $c; Mm; Cc; A$ ということである。種結晶 C_2 から作られた第 3 世代の基板であるから履歴を含ませてこれを A_{c_3} 基板と書くことにする。こうして $\{11-20\}$ 面 (A 面) を表面に持つ GaN 単結晶基板 30 枚を切り出すことができた。それらの GaN 基板 (A_{c_3}) は厚さ 0.7 mm で、30 mm \times 25 mm 程度の 1 インチサイズの基板であった。その後、これらの基板を研磨加工した。その結果表面に加工変質層を持たない、半導体基板として使用可能な基板 A_{c_3} が得られた。

【0258】 A_{c_3} 基板について評価を実施した。基板 A_{c_3} の基板面 $\{11-20\}$ 面をカソードルミネッセンス (CL) により評価した。種結晶 M_1 を切り出すべき当初の GaN 結晶 c_1 の $\{0001\}$ 面に見られたような転位の集合はいっさい見られず表面の状態は改善されている事が分かった。

【0259】EPD を測定することによって同じ基板 A_{c_3} の $\{11-20\}$ 面を評価した。初めの種結晶 M_1 を切り出すべき当初の GaN 結晶 c_1 の $\{0001\}$ 面 (C 面) とは違って、10 μ m \sim 20 μ m 径の大きいピットは全く観察されなかった。ピットは全て直径が 1 μ m 以下の小さなピットであった。しかも EPD は 1×10^{-4} cm $^{-2}$ 程度であって非常な低転位密度であった。

【0260】この基板 A_{c_3} の $\{11-20\}$ 面を TEM (透過型顕微鏡) により観察した。その結果これらの基板 A_{c_3} においては、 $\{11-20\}$ 面上には殆ど貫通転位が存在しないという事が分かった。転位の数は少なく、少ない転位は基板面 $\{11-20\}$ に平行に走っていることが判明した。このために表面の低密度は大き

く低減している。

【0261】低転位の理由は次のように考えられる。基板表面に貫通転位が走っている低転位の C 面基板 C_{m_2} ($c; Mm; C$) を種結晶として c 方向 $\langle 0001 \rangle$ 方向に成長させ低貫通転位の状態を $\langle 0001 \rangle$ 方向に転写した構造のインゴット c_3 ($c; Mm; Cc$) から成長方向と平行な A 面でスライス加工した基板 A_{c_3} ($c; Mm; Cc; A$) だからである。よって、基板 A_{c_3} には、表面の貫通転位密度は低く、表面平行に走る転位も少ない。理想的な基板である。

【0262】【実施例 5 ; GaN インゴット c_3 の作製 (種結晶 C_2 を使って : $c; Aa; Cc$)】実施例 3 で作った主面を $\{0001\}$ 面とする GaN 種結晶 C_{a_2} を用いて $\langle 0001 \rangle$ 方向 (c 方向) に成長させ下記のような GaN インゴット (c_3) を作製した。このインゴットは GaN 成長としては 3 世代になるから "3" というサフィックスを付した。先述の表記法では $c; Aa; Cc$ という成長である。

【0263】実施例 1 の種結晶製造のためのインゴットの成長と同じ HVP E 炉を用いて結晶成長を行った。キャリアガスは全て H_2 ガスである。用いるガスは NH_3 ガス ($NH_3 + H_2$)、 HCl ガス ($H_2 + HCl$) である。成長条件は

| | |
|-------------|--------------------------------|
| 【0264】 | |
| 成長温度 | 1020℃ (1293K) |
| NH_3 ガス分圧 | 0.3 atm (30 kPa) |
| HCl ガス分圧 | 2×10^{-2} atm (2 kPa) |
| 成長時間 | 約 180 時間 |
| 膜厚 | 2.7 cm |

【0265】であった。成長方向は種結晶の主面 $\{0001\}$ 面 (C 面) に垂直な $\langle 0001 \rangle$ 方向 (c 方向) である。最終的な成長表面は $\{0001\}$ 面であった。表面状態はやや成長ピットが存在する鏡面である。インゴット c_3 の高さは約 2.7 cm であった。このようなインゴットを複数個成長させた。

【0266】(a) (C 面を持つ) C_{c_3} 基板の作製 ($c; Aa; Cc; C$) (67)

このインゴット c_3 を内周刃スライサーにより、成長方向 $\langle 0001 \rangle$ 面に垂直の方向にスライスして基板 (C 基板) を 30 枚切り出した。つまり貫通転位を横切る方向にスライス加工したのである。前述の表記法に従えば、これは $c; Aa; Cc; C$ ということである。種結晶 C_2 から作られた第 3 世代の基板であるから履歴を含ませてこれを C_{c_3} 基板と書くことにする。こうして $\{0001\}$ 面 (C 面) を表面に持つ GaN (C_{c_3}) 単結晶基板 30 枚を切り出すことができた。

【0267】それらの GaN 基板 (C_{c_3}) は厚さ 0.7 mm で、30 mm \times 25 mm 程度の 1 インチサイズの基板であった。その後、これらの基板を研磨加工した。その結果表面に加工変質層を持たない、半導体基板とし

て使用可能な基板が得られた。

【0268】 C_{c3} 基板について評価を実施した。基板 C_{c3} の基板面 (0001) Ga面をカソードルミネッセンス (CL) により評価した。種結晶 A_1 を切り出すべき当初の GaN 結晶 c_1 の (0001) 面に見られたような転位の集合はいっさい見られず表面の状態は改善されている事が分かった。

【0269】EPDを測定することによって同じ基板を評価した。初めの種結晶 A_1 を切り出すべき当初の GaN 結晶 c_1 の (0001) 面 (C面) とは違って、10 $\mu m \sim 20 \mu m$ 径の大きいピットは全く観察されなかった。ピットは全て直径が1 μm 以下の小さなピットであった。ピットは $\langle 11-20 \rangle$ の方向に並ぶ傾向があることが分かった。しかもEPDは $5 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ 程度であって低転位密度であった。

【0270】この基板 C_{c3} をTEM (透過型顕微鏡) により観察した。その結果これらの基板 C_{c3} においては、(0001) 面上には殆ど貫通転位が存在しないという事が分かった。転位の数はいくつかでなく、基板面にも殆ど貫通転位が走っていないという事が判明した。このために基板面内での転位密度は大きく減少している。

【0271】低転位の理由は次のように考えられる。基板表面に貫通転位が走っている低転位のC面基板 C_{a2} ($c; Aa; C$) を種結晶としてc方向 $\langle 0001 \rangle$ 方向に成長させ低貫通転位の状態を $\langle 0001 \rangle$ 方向に転写した構造のインゴット c_3 ($c; Aa; Cc$) からC面でスライス加工した基板 C_{c3} ($c; Aa; Cc; C$) だからである。よって、基板 C_{c3} には、表面の貫通転位密度は低く、表面平行に走る転位も少ない。理想的な基板である。

【0272】(b) (M面を持つ) M_{c3} 基板の作製 ($c; Aa; Cc; M$) (66)

このインゴット c_3 を内周刃スライサーにより、成長方向 [0001] に平行な {1-100} 面 (M面) に平行にスライス加工して {1-100} 面を持つ30枚の基板Mを切り出した。つまり貫通転位に平行にスライス加工したのである。これは本発明の思想にそう切り方である。

【0273】前述の表記法に従えばこれは $c; Aa; Cc; M$ ということである。種結晶 C_2 から作られた第3世代の基板であるから履歴を含ませてこれを M_{c3} 基板と書くことにする。こうして {1-100} 面 (M面) を表面に持つ GaN 単結晶基板30枚を切り出すことができた。

【0274】それらのGaN基板 (M_{c3}) は厚さ0.7mmで、30mm \times 25mm程度の1インチサイズの基板であった。その後、これらの基板を研磨加工した。その結果表面に加工変質層を持たない、半導体基板として使用可能な基板 M_{c3} が得られた。

【0275】 M_{c3} 基板について評価を実施した。基板 M_{c3} の基板面 {1-100} をカソードルミネッセンス (CL) により評価した。種結晶 A_1 を切り出すべき当初の GaN 結晶 c_1 の (0001) 面に見られたような転位の集合はいっさい見られず表面の状態は改善されている事が分かった。

【0276】EPDを測定することによって同じ基板 M_{c3} の {1-100} 面を評価した。初めの種結晶 A_1 を切り出すべき当初の GaN 結晶 c_1 の (0001) 面 (C面) とは違って、10 $\mu m \sim 20 \mu m$ 径の大きいピットは全く観察されなかった。ピットは全て直径が1 μm 以下の小さなピットであった。しかもEPDは $1 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ 程度であって低転位密度であった。

【0277】この基板 M_{c3} の {1-100} 面をTEM (透過型顕微鏡) により観察した。その結果これらの基板 M_{c3} においては、{1-100} 面上には殆ど貫通転位が存在しないという事が分かった。転位の数はいくつかでなく、少数の転位は基板面 {1-100} 面に平行に走っていることが判明した。このために表面の低密度は大きく低減している。

【0278】低転位の理由は次のように考えられる。基板表面に貫通転位が走っている低転位のC面基板 C_{a2} ($c; Aa; C$) を種結晶としてc方向 $\langle 0001 \rangle$ 方向に成長させ低貫通転位の状態を $\langle 0001 \rangle$ 方向に転写した構造のインゴット c_3 ($c; Aa; Cc$) から成長方向と平行なM面でスライス加工した基板 M_{c3} ($c; Aa; Cc; M$) だからである。よって、基板 M_{c3} には、表面の貫通転位密度は低く、表面平行に走る転位も少ない。理想的な基板である。

【0279】(c) (A面を持つ) A_{c3} 基板の作製 ($c; Aa; Cc; A$) (65)

このインゴット c_3 を内周刃スライサーにより、成長方向 $\langle 0001 \rangle$ に平行な {11-20} 面に平行にスライス加工して {11-20} 面を持つ30枚の基板Aを切り出した。つまり貫通転位に平行にスライス加工したのである。これは本発明の思想にそう切り方である。

【0280】前述の表記法に従えばこれは $c; Aa; Cc; A$ ということである。種結晶 C_2 から作られた第3世代の基板であるから履歴を含ませてこれを A_{c3} 基板と書くことにする。こうして {11-20} 面 (A面) を表面に持つ GaN 単結晶基板30枚を切り出すことができた。それらのGaN基板 (A_{c3}) は厚さ0.7mmで、30mm \times 25mm程度の1インチサイズの基板であった。その後、これらの基板を研磨加工した。その結果表面に加工変質層を持たない、半導体基板として使用可能な基板 A_{c3} が得られた。

【0281】 A_{c3} 基板について評価を実施した。基板 A_{c3} の基板面 {11-20} 面をカソードルミネッセンス (CL) により評価した。種結晶 A_1 を切り出すべき当初の GaN 結晶 c_1 の (0001) 面に見られたよ

うな転位の集合はいっさい見られず表面の状態は改善されている事が分かった。

【0282】EPDを測定することによって同じ基板A_{c3}の{11-20}面を評価した。初めの種結晶A₁を切り出すべき当初のGaN結晶c₁の(0001)面(C面)とは違って、10μm~20μm径の大きいピットは全く観察されなかった。ピットは全て直径が1μm以下の小さなピットであった。しかもEPDは2×10⁴cm⁻²程度であって非常な低転位密度であった。

【0283】この基板A_{c3}の{11-20}面をTEM(透過型顕微鏡)により観察した。その結果これらの基板A_{c3}においては、{11-20}面上には殆ど貫通転位が存在しないという事が分かった。転位の数はなく、少ない転位は基板面{11-20}に平行に走っていることが判明した。このために表面の低密度は大きく低減している。

【0284】低転位の理由は次のように考えられる。基板表面に貫通転位が走っている低転位のC面基板C₂(c;Aa;C)を種結晶としてc方向<0001>方向に成長させ低貫通転位の状態を<0001>方向に転写した構造のインゴットc₃(c;Aa;Cc)から成長方向と平行なA面でスライス加工した基板A_{c3}(c;Aa;Cc;A)だからである。よって、基板A_{c3}には、表面の貫通転位密度は低く、表面平行に走る転位も少ない。理想的な基板である。

【0285】

【発明の効果】本発明は成長方向と平行な方向に基板を切りだして基板表面に存在する転位を低減させる。より特定していえばM面、A面、C面での相互の成長方向の変換によって転位減少効果を得ている。

【0286】つまり、{0001}面方向にGaN単結晶を成長させて{1-100}面或いは{11-20}面に平行にスライス加工して低転位密度の{1-100}面或いは{11-20}面のGaN単結晶基板を製造する(c;A、c;M)。或いは{1-100}面方向にGaN単結晶を成長させて{0001}面或いは{11-20}面に平行にスライス加工して低転位密度の{0001}面或いは{11-20}面のGaN単結晶基板を製造する(m;C、m;A)。或いは{11-20}面方向にGaN単結晶を成長させて{0001}面或いは{1-100}面に平行にスライス加工して低転位密度の{0001}面或いは{1-100}面のGaN単結晶基板を製造する(a;C、a;M)。

【0287】さらにこうしてできた単結晶を種結晶としてさらに結晶成長を行う。2段階あるいは3段階の結晶成長を行うこともある。低転位種結晶から成長するのでより転位密度の低いインゴットを得る事ができる。

【0288】本発明によって貫通転位密度の小さい、広いGaN単結晶基板を製造できる。貫通転位の束の集積がなくなるから劈開した時劈開面の乱れがおこらない。

本発明のGaN基板をGaN系LDの基板としたときに自然劈開によって共振器を形成することができる。GaN系LDやLEDの基板とするとチップの上下に電極を配置できる。電極によって占められる面積を節減することができる。またLD、LEDを作製したときサファイヤのように2回ワイヤボンディングする必要はない。GaN系のLD、LEDの基板とする場合、現在のサファイヤ基板に比べて格段に優れている。

【図面の簡単な説明】

【図1】HVPE装置の概略断面図。

【図2】GaNをラテラルオーバーグロース成長させるためGaAs基板の上にマスクを形成し正方形窓をあけた状態の平面図。

【図3】GaNをラテラルオーバーグロース成長させるためGaAs基板の上にマスクを形成しストライプ窓をあけた状態の平面図。

【図4】ラテラルオーバーグロース成長において、GaAs基板の上にGaNが堆積してゆく様子を示す断面図。図4(1)はGaAs基板にマスクを被覆し窓をあけた状態。図4(2)は窓の部分にGaNが堆積した状態。図4(3)は窓から横方向にGaNが成長してゆく状態を示す。図4(4)は横方向成長層が合体して、さらに上向きの成長に変換された状態を示す。

【図5】ラテラルオーバーグロース成長において、GaAs基板の上にGaNが堆積してゆく様子を示す断面図。図5(1)はGaAs基板にマスクを被覆し窓をあけた状態。図5(2)は窓を大きく越えて厚いエピ層が成長して厚みのあるGaNインゴットになった状態を示す。図5(3)はインゴットを成長方向に垂直に切って基板とした状態を示す。

【図6】六方晶系の結晶系においてC面上での120°の角度をなす3軸a、b、dを切る距離によって面方位h、k、mを定義することを説明する図。

【図7】六方晶系の同一面上での3つの面方位h、k、mの和が0であることを証明するための図。

【図8】六方晶系の結晶系において、(1-100)面と(11-20)面を示す図。

【図9】c軸方向に成長させてC面に平行に切断して基板とする従来の成長・切断法を説明する図。

【図10】任意の方向に成長させて成長方向と平行な切断面で切断して基板とする本発明の成長・切断法を説明する図。

【図11】適当な面を選ぶとA面={11-20}面、M面={1-100}面、C面={0001}面が互いに直交するということを説明し、本発明がA面、C面、M面の相互の成長方向の変換によって実現されることを説明するための結晶面の斜視図。

【図12】結晶成長方向gと切断面Sを平行にして基板を切り出すことによって貫通転位の表面での密度を低減する本発明の手法を端的に示すための結晶面の斜視図。

【図13】本発明がA面、C面、M面の相互の成長方向の相互変換によって実現されることを視覚的に区別できるように矢印をa、c、m方向に対応させることを説明する定義の図。

【図14】成長方向と切断面の方向を平行にすることによって転位密度を減少させる本発明において、一段階成長において可能な結晶の成長方向と基板面の組み合わせ関係が6つあり、それを前記の定義による矢印によって表現したダイヤグラム。

【図15】成長方向と切断面の方向を平行にすることによって転位密度を減少させる本発明において、二段階成長において全て成長方向が異なるものとして可能な結晶の成長方向と基板面の組み合わせ関係が12あり、それを前記の定義による矢印によって表現したダイヤグラム。

【図16】成長方向と切断面の方向を平行にすることによって転位密度を減少させる本発明において、三段階成長において全て成長方向が異なるものとして可能な結晶の成長方向と基板面の組み合わせ関係が24あり、それを前記の定義による矢印によって表現したダイヤグラム。

【図17】二段階成長において1段階は成長方向が異なり、2段階は成長方向が同一だとして可能な結晶の成長方向と基板面の組み合わせ関係が6あり、それを前記の定義による矢印によって表現したダイヤグラム。

【図18】二段階成長において1段階は成長方向が同一で、2段階は成長方向が異なるものとして可能な結晶の成長方向と基板面の組み合わせ関係が6あり、それを前記の定義による矢印によって表現したダイヤグラム。

【図19】実施例1の結晶成長・基板切断において方位の変化を示すダイヤグラム。

【図20】実施例2の結晶成長・基板切断において方位の変化を示すダイヤグラム。

【図21】実施例3の結晶成長・基板切断において方位の変化を示すダイヤグラム。

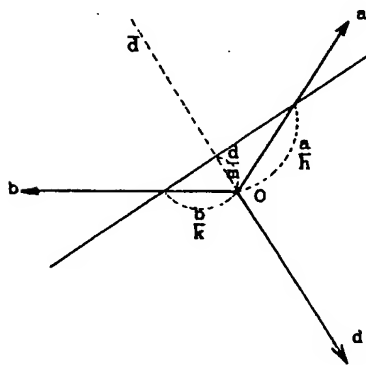
【図22】実施例4の結晶成長・基板切断において方位の変化を示すダイヤグラム。

【図23】実施例5の結晶成長・基板切断において方位の変化を示すダイヤグラム。

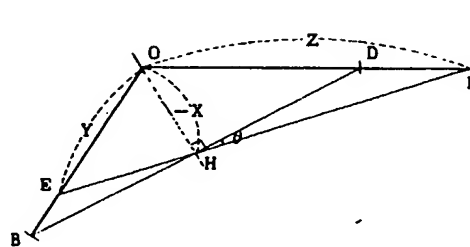
【符号の説明】

- 10 1 炉
2 Gaポート
3 Ga融液
4 サセプタ
5 GaAs基板
6 ヒータ
7 ガス導入口
8 ガス導入口
9 ガス排出口
10 GaAsウエハ
20 11 マスク
12 窓
13 隆起部
14 転位
15 水平延長層
16 ファセット面
17 面状欠陥部
18 GaNエピ層 (インゴット)
19 GaN基板 (ミラーウエハ)
S 切断面
30 g 結晶成長方向
q 転位延長方向

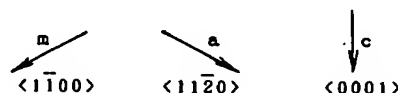
【図6】



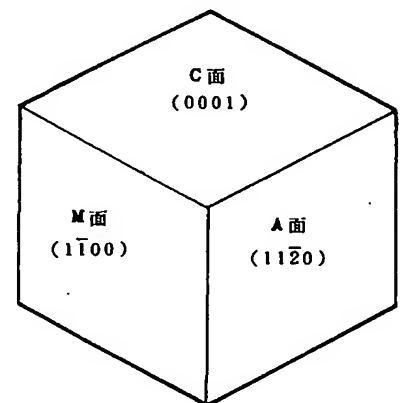
【図7】



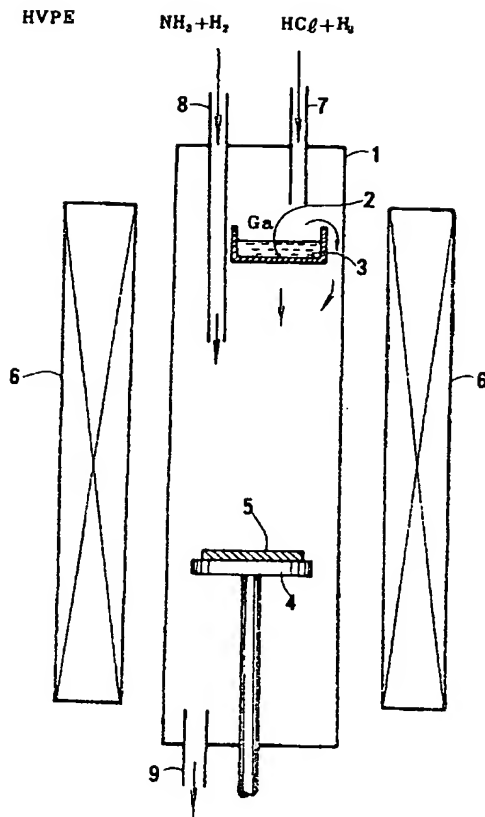
【図13】



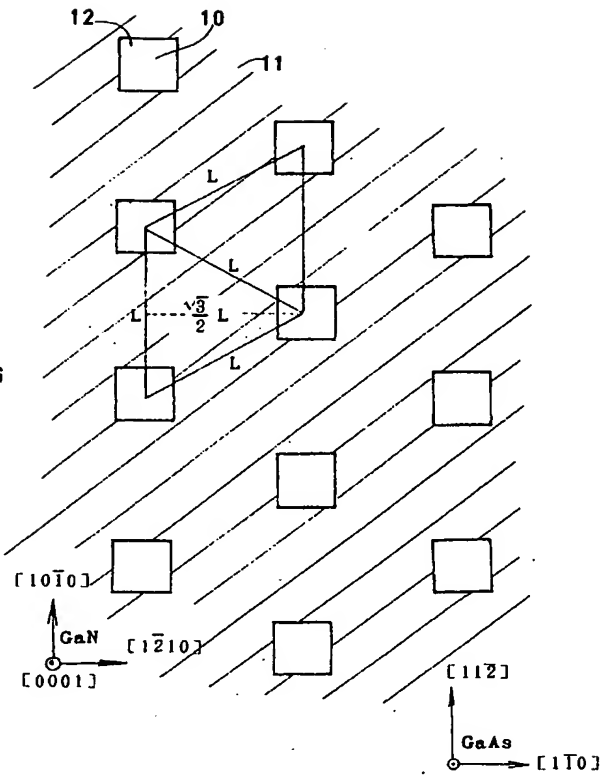
【図11】



【図1】



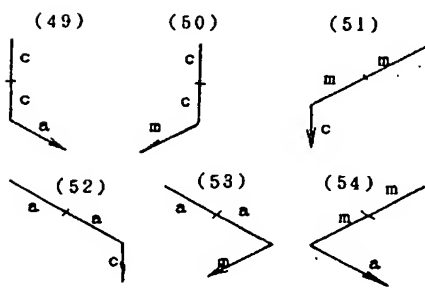
【図2】



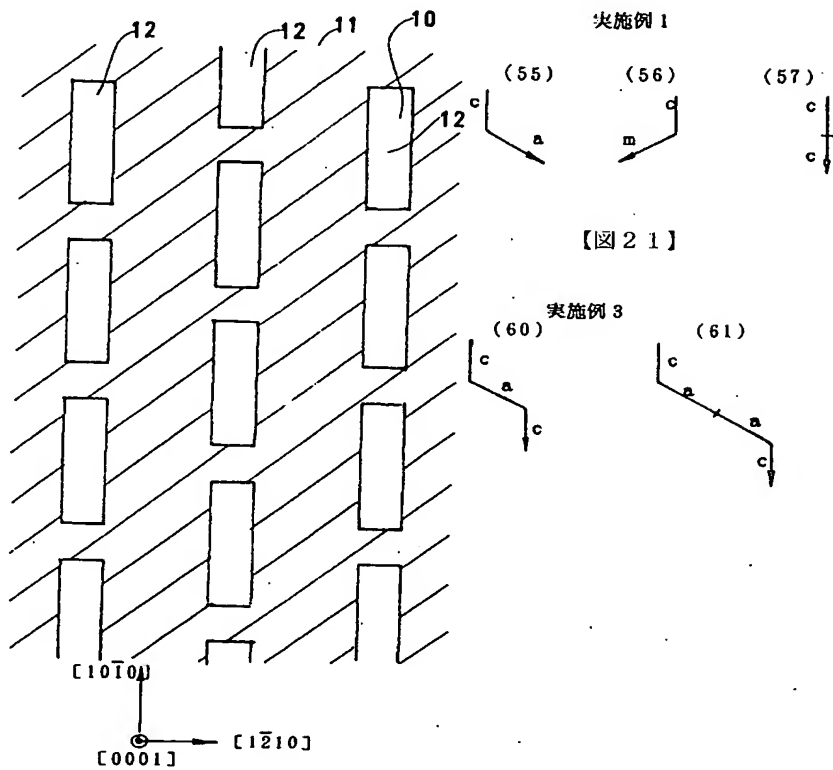
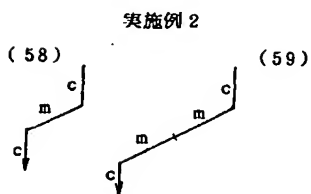
【図18】

【図3】

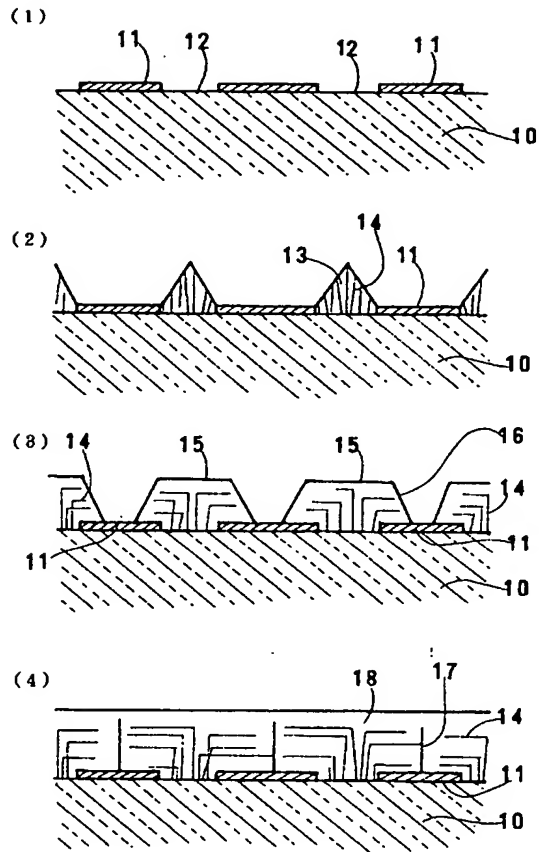
【図19】



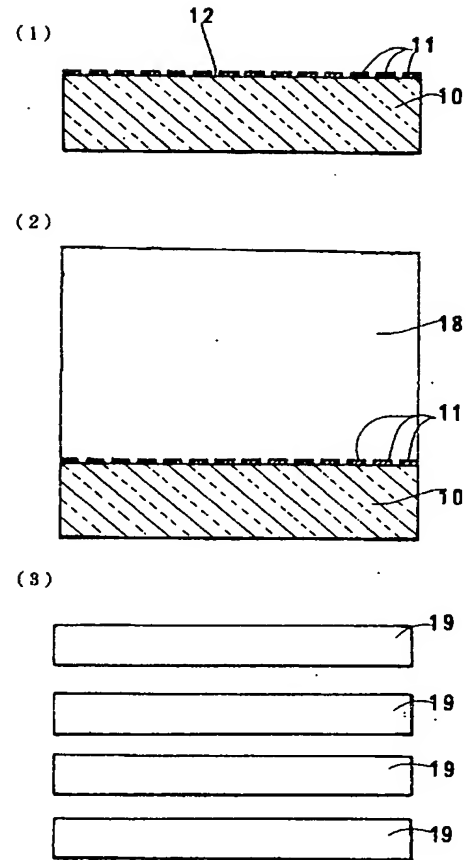
【図20】



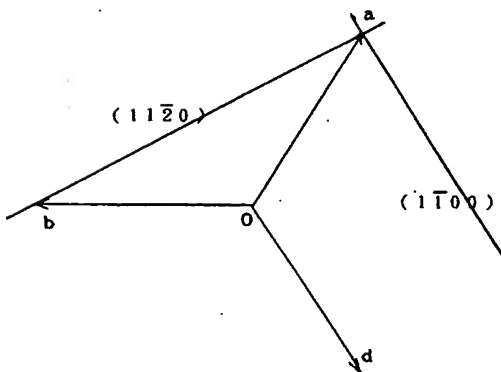
【図4】



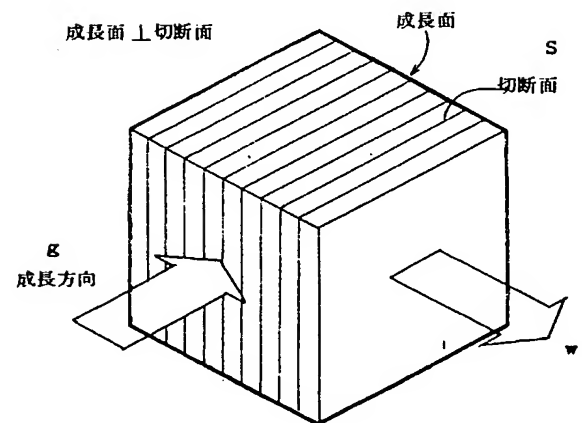
【図5】



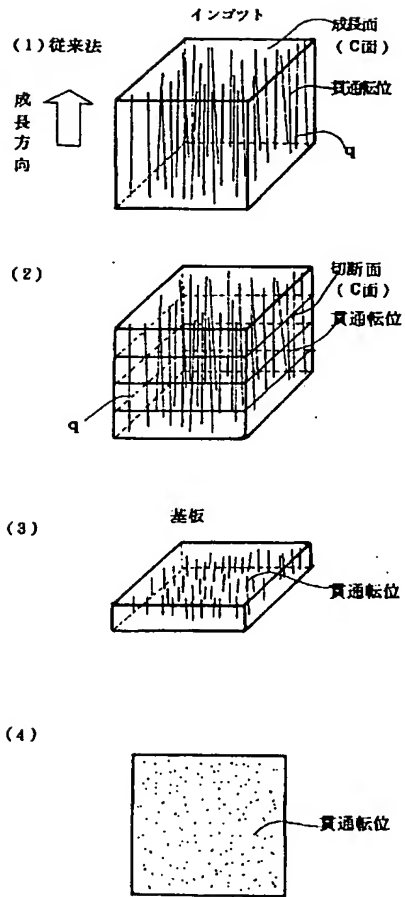
【図8】



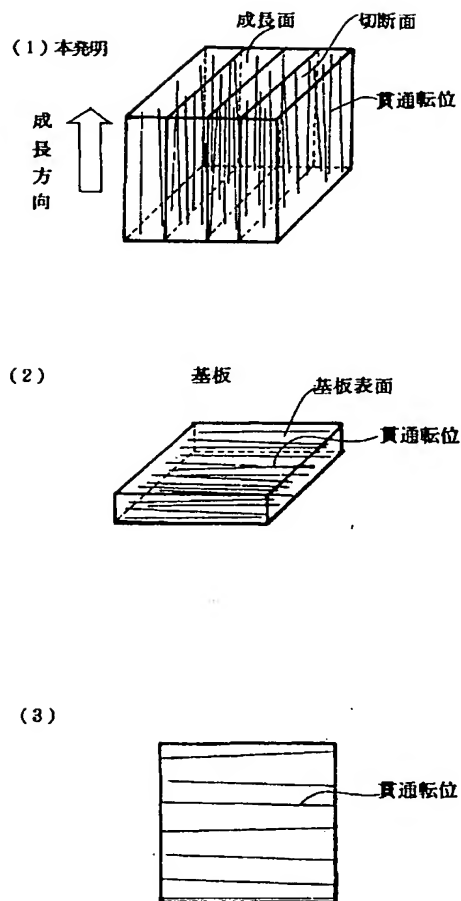
【図12】



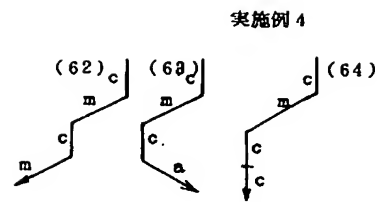
【図 9】



【図 10】

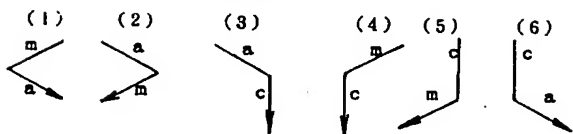


【図 22】



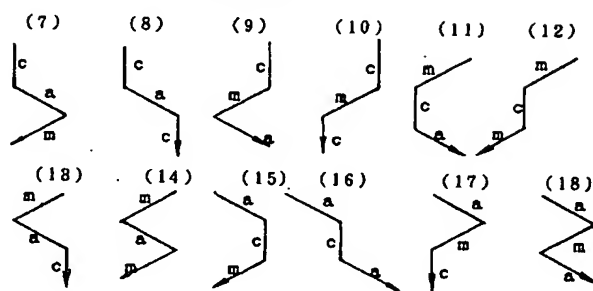
【図 14】

一段階成長

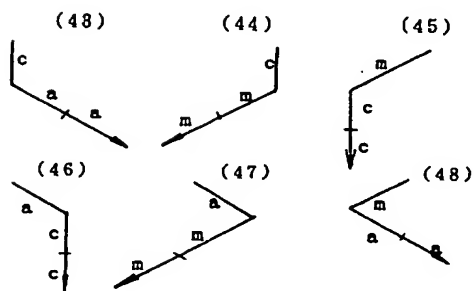


【図 15】

二段階成長

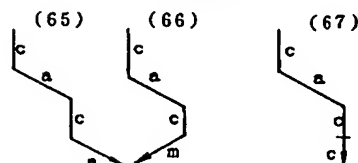


【図 17】

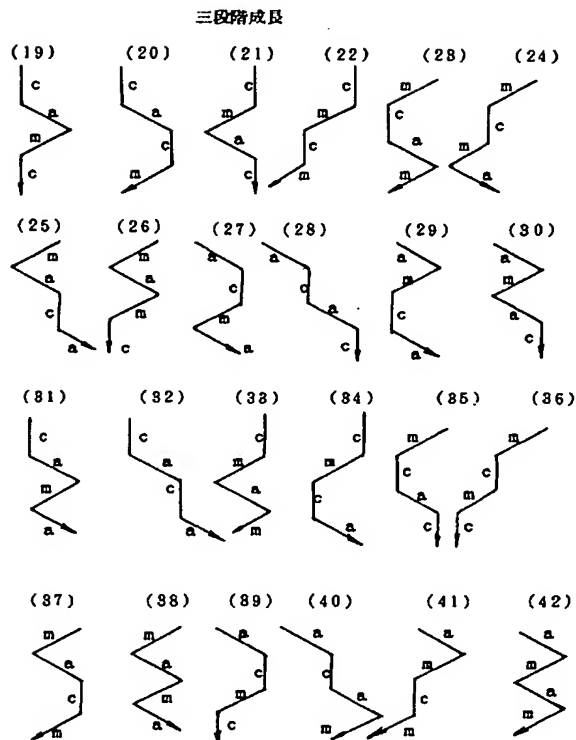


【図 23】

実施例 5



【図 16】



【手続補正書】

【提出日】平成13年6月14日（2001. 6. 14）

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】 GaN単結晶の成長における成長方向と平行な面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項2】 GaN単結晶の成長において、成長方向と平行な面でスライス加工することにより、基板表面を貫通する貫通転位を低減することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項3】 GaN単結晶の成長における転位の走る方向と平行な面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項4】 GaN単結晶の成長において、転位の走る方向と平行な面でスライス加工することにより、基板表面を貫通する貫通転位を低減することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項5】 GaN単結晶の成長において、結晶成長面が $\{1-100\}$ であり、その結晶成長方向と平行な (0001) 面でスライス加工したことを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項6】 GaN単結晶の成長において、結晶成長面が $\{11-20\}$ であり、その結晶成長方向と平行な (0001) 面でスライス加工したことを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項7】 $\{1-100\}$ 面を表面に持つGaN単結晶を種結晶として、さらに $\{1-100\}$ 面を成長面として成長し、その成長方向に平行な (0001) 面でスライス加工することにより、 (0001) 面を表面とする単結晶GaN基板を得ることを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項8】 種結晶とする $\{1-100\}$ 面を表面に持つGaN単結晶は、 (0001) 面を成長面として成長したGaN単結晶からその成長方向と平行な $\{1-100\}$ 面で切り出されたことを特徴とする請求項7に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項9】 種結晶とする $\{1-100\}$ 面を表面に持つGaN単結晶は、 $\{11-20\}$ 面を成長面として成長したGaN単結晶からその成長方向と平行な $\{1-$

100}面で切り出されたことを特徴とする請求項7に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項10】 {11-20}面を表面に持つGaN単結晶を種結晶として、さらに{11-20}面を成長面として成長し、それに平行な(0001)面でスライス加工することにより、(0001)面を表面とする単結晶GaN基板を得ることを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項11】 種結晶とする{11-20}面を表面に持つGaN単結晶は、(0001)面を成長面として成長したGaN結晶からその成長方向と平行な{11-20}面で切り出されたことを特徴とする請求項10に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項12】 種結晶とする{11-20}面を表面に持つGaN単結晶は、{1-100}面を成長面として成長したGaN結晶から{11-20}面で切り出されたことを特徴とする請求項10に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項13】 GaN単結晶の成長において、結晶成長面が{0001}面であり、その結晶成長方向と平行な{1-100}面でスライス加工することにより、{1-100}面を表面に有することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項14】 {0001}面を表面に持つGaN単結晶を種結晶としてさらに{0001}面を成長面として成長し、{1-100}面でスライス加工することにより、{1-100}面を表面に有することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項15】 種結晶とする{0001}面を表面に持つGaN単結晶は、{11-20}面あるいは{1-100}面を成長面として成長したGaN結晶から{0001}面で切り出されたことを特徴とする請求項14に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項16】 種結晶とする{0001}面を表面に持つGaN単結晶は、{0001}面を成長面として成長したGaN結晶から{0001}面で切り出されたことを特徴とする請求項14に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項17】 GaN単結晶の成長において、結晶成長面が{0001}面であり、その結晶成長方向と平行な{11-20}面でスライス加工したことにより、{11-20}面を表面に有することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項18】 {0001}面を表面に持つGaN単結晶を種結晶として、さらに{0001}面を成長面として成長し、{11-20}面でスライス加工することにより、{11-20}面を表面とする単結晶GaN基板を得ることを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項19】 種結晶とする{0001}面を表面に

持つGaN単結晶は、{11-20}面あるいは{1-100}面を成長面として成長したGaN結晶から{0001}面で切り出されたことを特徴とする請求項18に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項20】 種結晶とする{0001}面を表面に持つGaN単結晶は、{0001}面を成長面として成長したGaN結晶から{0001}面で切り出された事の特徴とする請求項18に記載の単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項21】 GaN単結晶の成長における成長方向と平行な面でスライス加工したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項22】 GaN単結晶の成長における成長方向と平行な面でスライス加工することにより、基板表面を貫通する貫通転位を低減したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項23】 基板内部において、転位が基板表面に平行に走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項24】 基板内部において、転位が基板表面に平行に走って存在することにより、基板表面での貫通転位を低減したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項25】 基板内部において、基板表面に平行に、主に一方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項26】 基板内部において、基板表面に平行に、主に一方向に転位が走って存在することにより、基板表面での貫通転位を低減したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項27】 基板表面が{0001}面であり、基板内に主に<1-100>方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項28】 基板表面が{0001}面であり、基板内に主に<1-100>方向に転位が走って存在することにより、基板表面での貫通転位を減少したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項29】 基板表面が{0001}面であり、基板内に主に<11-20>方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項30】 基板表面が{0001}面であり、基板内に主に<11-20>方向に転位が走って存在することにより、基板表面での貫通転位を減少したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項31】 基板表面が{1-100}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項32】 基板表面が{1-100}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在することにより、基板表面の貫通転位を減少したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項33】 基板表面が{11-20}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項34】 基板表面が{11-20}面であり、基板内に主に<0001>方向に転位が走って存在することにより、基板表面での貫通転位を減少したことを特徴とする単結晶GaN基板。

【請求項35】 基板表面での貫通転位密度が、 $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下であることを特徴とする請求項22に記載の単結晶GaN基板。

【請求項36】 基板表面での貫通転位密度が、 $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下であることを特徴とする請求項24に記載の単結晶GaN基板。

【請求項37】 結晶成長方向と平行な面でスライス加工することにより、スライス加工面で基板表面を貫通する貫通転位を低減したGaN単結晶を種結晶として用い、その種結晶上の成長において、成長方向と垂直な面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項38】 基板内部において、基板表面に平行に、主に一方向に転位が走って存在することを特徴とする単結晶GaN基板を種結晶として用い、その種結晶上の成長において、成長方向と垂直な面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項39】 結晶成長面が{1-100}であり、その結晶成長方向<1-100>と平行な(0001)面でスライス加工した単結晶を種結晶として、その種結晶上の成長は、{0001}面を成長面として成長し、その成長方向と垂直な{0001}面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項40】 結晶成長面が{11-20}面であり、その結晶成長方向<11-20>と平行な(0001)面でスライス加工した単結晶を種結晶として、その種結晶上の成長は、{0001}面を成長面として成長し、その成長方向と垂直な{0001}面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【請求項41】 結晶成長面が(0001)面であり、その結晶成長方向<0001>と平行な{1-100}面でスライス加工した単結晶を種結晶として、その種結晶上の成長は、{1-100}面を成長面として成長し、その成長方向と垂直な{1-100}面でスライス加工することを特徴とする単結晶GaN基板の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0092

【補正方法】変更

【補正内容】

【0092】以上が本発明の基本形である。しかし、なんと言っても本発明の真骨頂は、多段成長による転位低減にある。図10(2)のように転位が表面平行になった基板を種結晶としてその上にGaNを成長させると、もともと転位が少なく、成長結晶の転位は種結晶の転位を承継するのであるから、成長結晶の転位は少なくなる。だから本発明の方法によって、 $q=S$ または $g=S$ で切りとった基板を種結晶にして二度目のGaN成長を行ったとき、その成長では非常に低転位のインゴットを成長させることが可能となる。つまり1段成長と2段成長で成長の方向を 90° 変えることによって転位を削減できる。この転位減少は、見かけの減少ではない。実際に発生する転位が減少するのである。だから本発明の本領は2回目以後の成長において遺憾なく発揮されると言える。図12において、1段目の成長方向 g に対し、これと直交する w 方向に2段目の結晶成長を行うことによって、真の低転位の結晶を得る事ができる。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0149

【補正方法】変更

【補正内容】

【0149】

| | | | |
|-------|---|---|-----------------|
| 18 | = | Cc ; A(6) | |
| 19×18 | = | Aa ; Cc ; A(16) | Mm ; Cc ; A(11) |
| 20×18 | = | Cc ; Cc ; A(49) | |
| 21~26 | = | m ; A(1) a ; M(2) a ; C(3) m ; C(4) c ; M(5) c ; A(6) | |
| 27、28 | = | m ; C(4) | |
| 29、30 | = | a ; C(3) | |
| 31、32 | = | c ; M(5) | |
| 33、34 | = | c ; A(6) | |
| 37 | = | c ; Aa ; A(43) a ; Mm ; M(47) m ; Cc ; C(45) | |
| | | c ; Mm ; M(44) m ; Aa ; A(48) a ; Cc ; C(46) | |
| 38 | = | c ; Aa ; A(43) a ; Mm ; M(47) m ; Cc ; C(45) | |
| | | c ; Mm ; M(44) m ; Aa ; A(48) a ; Cc ; C(46) | |
| 39 | = | m ; Cc ; C(45) | |
| 40 | = | a ; Cc ; C(46) | |

4 1 = c ; Mm ; M (44)

4 2 = c ; A a ; A (43)

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0182

*

【補正方法】変更

【補正内容】

【0182】

実施例1 (55) c ; A (6) (56) c ; M (5) (57) c ; C
 実施例2 (58) c ; Mm ; C (10) (59) c ; Mm ; M (68) c ; Mm ; A (6)
 9) c ; Mm ; A a ; C
 実施例3 (60) c ; A a ; C (8) (61) c ; A a ; A (70) c ; A a ; M (71)
 c ; A a ; Mm ; C
 実施例4 (62) c ; Mm ; C c ; M (63) c ; Mm ; C c ; A
 (64) c ; Mm ; C c ; C
 実施例5 (65) c ; A a ; C c ; A (66) c ; A a ; C c ; M
 (67) c ; A a ; C c ; C

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0222

【補正方法】変更

【補正内容】

【0222】(c) (A面を持つ) A_{m2} 基板の作製
 (c ; Mm ; A) (68)

また種結晶 M_1 を使用してm方向に成長させたGa_{0.5}N_{1.5}インゴット m_2 を、{11-20}面でスライス加工して同じ基板を多数作製した。これは初めから書くと、c ; Mm ; Aである。Ga_{0.5}N_{1.5}の成長を2回繰り返しており、M基板を種結晶としているからこれは A_{m2} と書く事ができる。この A_{m2} 基板が十分に低転位であることを確かめた。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0223

【補正方法】変更

【補正内容】

【0223】(d) (C面を持つ) C_{a3} 基板の作製
 (c ; Mm ; A a ; C) (69)

2回の成長によって作製した(c)の基板 A_{m2} を種結晶として、さらに<11-20>方向(a方向)へGa_{0.5}N_{1.5}単結晶を成長させてGa_{0.5}N_{1.5}インゴット a_3 を複数個作製した。さらにこれを(0001)面でスライス加工してC面を持つ多数の(0001)Ga_{0.5}N_{1.5}基板 C_{a3} を作った。これはA基板を元にして作ったC基板であり3回の成長で作ったものだから C_{a3} と書ける。これは初めから書くとc ; Mm ; A a ; Cということになる。この C_{a3} 基板は十分に低転位であることを確かめた。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0235

【補正方法】変更

【補正内容】

【0235】(c) (M面を持つ) M_{a2} 基板の作製

(c ; A a ; M) (70)

また種結晶 A_1 を使用してa方向に成長させたGa_{0.5}N_{1.5}インゴット a_2 を、{1-100}面でスライス加工して同じ基板を多数作製した。これは初めから書くと、c ; A a ; Mである。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0237

【補正方法】変更

【補正内容】

【0237】(d) (C面を持つ) C_{m3} 基板の作製
 (c ; A a ; Mm ; C) (71)

2回の成長によって作製した基板 M_{a2} を種結晶として、さらに<1-100>方向(m方向)へGa_{0.5}N_{1.5}単結晶を成長させてGa_{0.5}N_{1.5}インゴット m_3 を複数個作製した。さらにこれを(0001)面でスライス加工してC面を持つ多数の(0001)Ga_{0.5}N_{1.5}基板 C_{m3} を作った。これはM基板を元にして作ったC基板であり3回の成長で作ったものだから C_{m3} と書ける。これは初めから書くとc ; A a ; Mm ; Cということになる。この C_{m3} 基板は十分に低転位であることを確かめた。

【手続補正9】

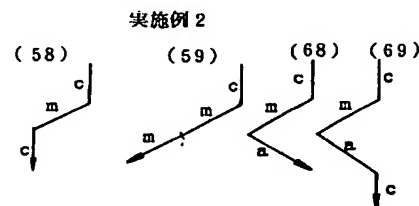
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図20

【補正方法】変更

【補正内容】

【図20】



【手続補正10】

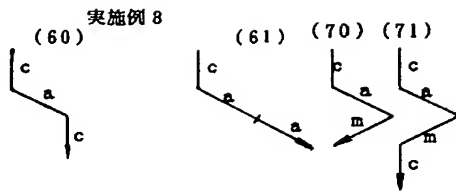
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図21

【補正方法】変更

【補正内容】

【図 21】



フロントページの続き

(72)発明者 岡久 拓司

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号住友電

気工業株式会社伊丹製作所内

Fターム(参考) 4G077 AA02 AB02 BE15 DA02 DB08
FG16 HA02
5F041 AA40 CA40 CA64 CA65
5F073 CA02 CB02 DA05 DA07 DA35
EA29